



PATENT  
4710-0102P

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Masanao KAMEI et al. Conf.:  
Appl. No.: 10/695,745 Group:  
Filed: October 30, 2003 Examiner:  
For: POWDER COMPOSITION, A DISPERSION OF  
POWDER IN OIL, AND COSMETIC COMPRISING  
THE SAME

L E T T E R

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

January 30, 2004

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2002-320478	November 1, 2002

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By

 #42,574

Gerald M. Murphy, Jr., #28,977

GMM/CAM/gh  
4710-0102P

Attachment(s)

P.O. Box 747  
Falls Church, VA 22040-0747  
(703) 205-8000

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 2 年 1 1 月    1 日  
Date of Application:

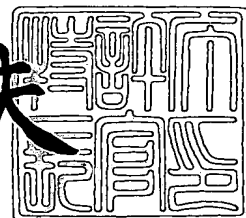
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 2 - 3 2 0 4 7 8  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 2 - 3 2 0 4 7 8 ]

出      願                      人                      信 越 化 学 工 業 株 式 会 社  
Applicant(s):

2 0 0 3 年    8 月 2 2 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号    出証特 2 0 0 3 - 3 0 6 8 9 3 3

【書類名】 特許願

【整理番号】 2002-0485

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08G 61/12  
C88L 83/86  
A61K 7/88

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見 1 番地 1 0 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内

【氏名】 亀井 正直

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区大手町 2 丁目 6 番 1 号 信越化学工業株式会社 内

【氏名】 橘 清美

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代表者】 金川 千尋

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003528

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

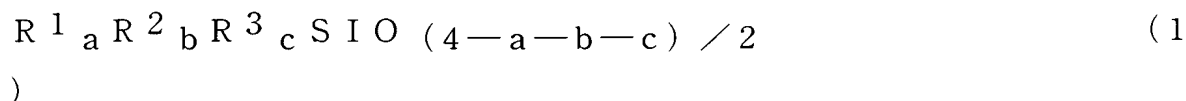
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

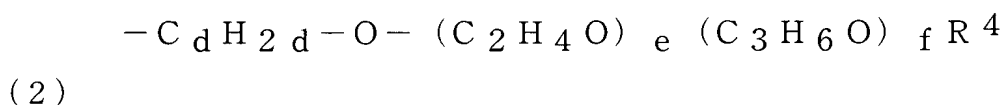
【発明の名称】 粉体組成物及び油中粉体分散物、並びにそれらを有する化粧品

【特許請求の範囲】

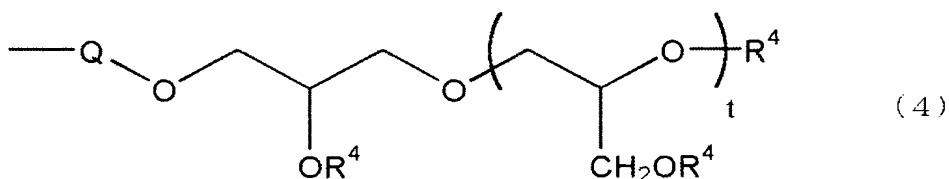
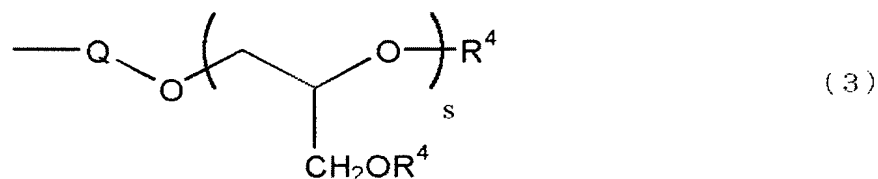
【請求項 1】 下記一般式 (1) で表されるシリコン分岐型ポリグリセリン変性シリコンと粉体及び／又は着色剤とからなる (A) 粉体組成物。



〔(1) 式中  $R^1$  は炭素数 1 ～ 30 のアルキル基、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基、アミノ置換アルキル基、カルボキシル置換アルキル基あるいは下記一般式 (2) で示される有機基から選択される同種または異種の有機基であり、

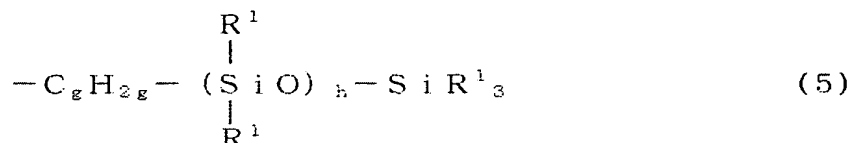


$R^2$  は下記一般式 (3) 及び／又は (4) で示されるポリグリセリン誘導体であり、



(式中  $R^4$  は水素基あるいは炭素数 1 ～ 30 のアルキル基、又は  $R^5 - (C O)$  で示される有機基、 $R^5$  は炭素数 1 ～ 30 の炭化水素基である。Q はエーテル結合及びエステル結合を含有しても良い炭素数 3 ～ 20 の二価炭化水素基を示し、s は 2 ～ 20 の整数、t は 1 ～ 20 の整数である。)

$R^3$  は下記一般式 (5) で示されるオルガノシロキサンである。



(式中 a、b、c はそれぞれ  $1.0 \leq a \leq 2.5$ 、 $0.001 \leq b \leq 1.5$ 、 $0.001 \leq c \leq 1.5$  であり、e、f はそれぞれ  $0 \leq e \leq 50$ 、 $0 \leq f \leq 50$  の正数であり、g は  $1 \leq g \leq 5$  の整数であり、h は  $0 \leq h \leq 500$  の正数である。)  
 )]

【請求項 2】前記式 (1) のシリコン分岐型ポリグリセリン変性シリコーンを粉体及び又は着色剤の合計 100 重量部に対して 0.1～30 重量部使用し、前記粉体及び／又は着色剤を表面処理してなることを特徴とする請求項 1 記載の (A) 粉体組成物。

【請求項 3】粉体が酸化亜鉛であることを特徴とする請求項 1～2 記載の (A) 粉体組成物。

【請求項 4】粉体が酸化チタンであることを特徴とする請求項 1～2 記載の (A) 粉体組成物。

【請求項 5】粉体がマイカ、セリサイト、タルク、カオリンなどの体質顔料であることを特徴とする請求項 1～2 記載の (A) 粉体組成物。

【請求項 6】前記 (1) 式で表されるシリコン分岐型ポリグリセリン変性シリコーンと粉体及び／又は着色剤と (B) 油剤とからなる油中粉体分散物。

【請求項 7】請求項 1～5 記載の (A) 粉体組成物を含有する化粧料。

【請求項 8】請求項 6 記載の油中粉体分散物を含有する化粧料

【請求項 9】さらに (B) 成分として油剤を含有する請求項 7～8 記載の化粧料。

【請求項 10】前記 (B) 油剤の少なくとも一部が常温で液状である、請求項 9 記載の化粧料。

【請求項 11】前記 (B) 油剤の少なくとも一部が、 $R^6_aSiO_{(4-a)/2}$  (ただし、 $R^6$  は水素原子または炭素数 1～30 のアルキル基、アリール基、アラルキル基及びフッ素置換アルキル基及び a は  $0 \leq a \leq 2.5$ ) で示される直鎖ある

いは環状のシリコン油である、請求項 9 ～ 10 記載の化粧料。

【請求項 12】 前記 (B) 油剤の少なくとも一部が、フッ素基、又はアミノ基を有する油剤である、請求項 9 ～ 10 の何れかに記載の化粧料。

【請求項 13】 (C) 成分として水を含有する請求項 7 ～ 12 の何れかに記載の化粧料。

【請求項 14】 (D) 成分として分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物を含有する請求項 7 ～ 13 の何れかに記載の化粧料。

【請求項 15】 前記 (D) 分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物が、水溶性で一価のアルコール、及び／又は水溶性多価アルコールである、請求項 14 記載の化粧料。

【請求項 16】 (E) 成分として水溶性或いは水膨潤性高分子を含有する請求項 7 ～ 15 の何れかに記載の化粧料。

【請求項 17】 (F) 成分として請求項 1 ～ 5 記載の (A) 粉体組成物以外の粉体及び／又は着色剤を含有する請求項 7 ～ 16 の何れかに記載の化粧料。

【請求項 18】 前記 (F) 粉体及び／又は着色剤の少なくとも一部が、ジメチルシリコンを架橋した構造を持つ架橋型シリコン微粉末、ポリメチルシルセスキオキサン微粉末、疎水化シリカ、あるいは球状シリコンゴム表面をポリメチルシルセスキオキサン粒子で被覆した複合微粉末である、請求項 17 記載の化粧料。

【請求項 19】 前記 (F) 粉体及び／又は着色剤の少なくとも一部が、フッ素基有する粉体及び／又は着色剤である、請求項 17 又は 18 記載の化粧料。

【請求項 20】 (G) 成分として界面活性剤を含有する請求項 7 ～ 19 の何れかに記載の化粧料。

【請求項 21】 前記 (G) 界面活性剤が分子中にポリオキシアルキレン鎖を有する直鎖或いは分岐状のシリコンである、請求項 20 記載の化粧料。

【請求項 22】 前記 (G) 界面活性剤の HLB が 2 - 8 である、請求項 20 又は 21 記載の化粧料。

【請求項 23】 (H) 成分として架橋型オルガノポリシロキサンを含有する請求項 7 ～ 22 の何れかに記載の化粧料。

【請求項 24】前記 (H) 架橋型オルガノポリシロキサンが、 $0.65\text{ mm}^2/\text{秒}$  ( $25^\circ\text{C}$ )  $\sim 10.0\text{ mm}^2/\text{秒}$  ( $25^\circ\text{C}$ ) の低粘度シリコーンを自重以上の量を含んで膨潤する架橋型オルガノポリシロキサンである、請求項 23 記載の化粧料。

【請求項 25】前記 (H) 架橋型オルガノポリシロキサンが、構成成分として分子中に二つ以上のビニル性反応部位を有する架橋剤と、かつ、ケイ素原子に直接結合した水素原子との間で反応することにより、架橋構造を形成する事を特徴とする架橋型オルガノポリシロキサンである、請求項 23 又は 24 記載の化粧料。

【請求項 26】前記 (H) 架橋型オルガノポリシロキサンが、ポリオキシアルキレン部分、アルキル部分、アルケニル部分、アリール部分、フルオロアルキル部分の中から選択された少なくとも一つの部分を架橋分子中に含有する架橋型オルガノポリシロキサンである、請求項 23  $\sim$  25 の何れかに記載の化粧料。

【請求項 27】(I) 成分としてシリコーン樹脂を含有する請求項 7  $\sim$  26 の何れかに記載の化粧料。

【請求項 28】前記 (I) シリコーン樹脂がアクリルシリコーン樹脂である、請求項 27 記載の化粧料。

【請求項 29】前記 (I) シリコーン樹脂が、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分、フルオロアルキル部分、カルボン酸などのアニオン部分の中から選択された少なくとも一つの部分を分子中に含有するアクリルシリコーン樹脂である、請求項 27 又は 28 記載の化粧料。

【請求項 30】前記 (I) シリコーン樹脂が構成成分として MQ、MDQ、MT、MDT、MDTQ と示されるシリコーン網状化合物である、請求項 27 記載の化粧料。

【請求項 31】前記 (I) シリコーン樹脂が、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分、フルオロアルキル部分、アミノ部分の中から選択された少なくとも一つの部分を分子中に含有するシリコーン網状化合物である、請求項 27 又は 30 記載の化粧料。

【請求項 32】請求項 7  $\sim$  31 の何れかに記載された化粧料を構成成分の少

なくとも一部としてなるスキンケア化粧料。

【請求項 3 3】 請求項 7～3 1 の何れかに記載された化粧料を構成成分の少なくとも一部としてなるメイクアップ化粧料。

【請求項 3 4】 請求項 7～3 1 の何れかに記載された化粧料を構成成分の少なくとも一部としてなる頭髮化粧料。

【請求項 3 5】 請求項 7～3 1 の何れかに記載された化粧料を構成成分の少なくとも一部としてなる制汗剤化粧料。

【請求項 3 6】 請求項 7～3 1 の何れかに記載された化粧料を構成成分の少なくとも一部としてなる紫外線防御化粧料。

【請求項 3 7】 請求項 7～3 6 の何れかに記載された化粧料の形状が、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、粉末状、プレス状、多層状、ムース状、スプレー状、スティック状、ペンシル状である化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はシリコーン鎖が分岐したポリグリセリン変性シリコーンと粉体及び／又は着色剤とからなる粉体組成物、並びに該シリコーン、粉体及び／又は着色剤、油剤とからなる油中粉体分散物及びこれらを含む化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】

一般に、汗や涙及び皮脂など、人からの分泌物は化粧崩れの原因となるが、特にサンカット剤、メイクアップ化粧料においては、化粧料が配合されている油剤に皮膚から分泌される皮脂が加わり、過剰に化粧料の粉体を濡らすことが化粧崩れの大きな要因となっている。そこで、皮膚上に残る化粧料中の油剤を減らすために、配合される油剤の一部として、オクタメチルシクロテトラシロキサンやデカメチルシクロペンタシロキサン等の揮発性油剤を用いることが試みられていた。

【0003】

また、摩擦や水等も化粧持ちを悪化させる外的要因となる。そこで、汗や涙な



どの水溶性物質によって起こる化粧持ちの悪さを改良するために、或いは皮膚中の水溶性成分や皮脂等が失われることを防ぐと共に皮膚の保護効果を持続させる目的で、シリコーン油を配合して撥水性を高くすることが行なわれている。例えばジメチルポリシロキサンに代表されるシリコーン油は、軽い感触、優れた撥水性、及び高い安全性等の特徴を持つために、近年、化粧料に用いる油剤として多用されている。

#### 【 0 0 0 4 】

一方、酸化チタン、酸化亜鉛、ベンガラ等に代表される顔料やマイカ、セリサイト等の粉体は、基礎化粧品を始め、サンカット料、ネイルカラー、ネイルコート、ファンデーション、マスカラ、アイライナー等の化粧料等の分野で広く用いられているが、これら粉体は表面活性の封鎖、また耐水性、耐皮脂性、分散性などを付与する為、アルミナ処理、シリカ処理、油剤処理、金属石鹸処理、オルガノポリシロキサンなどで表面処理したものをを用いるのが一般的である。

#### 【 0 0 0 5 】

特に近年は、分子内に反応性部位を有するオルガノポリシロキサンで処理するケースが多く見られる。これは粉体の表面と化学結合を形成する為、粉体の表面を改質すると同時に表面活性を封鎖する為にも有効であり、また処理が確実に行われる事、溶剤系の化粧料に使用しても、粉体の表面から処理剤が離脱することが無く、処理による特性変化を少なく出来る為、効率が良いことが上げられる。

#### 【 0 0 0 6 】

例えば、特許 2 7 1 9 3 0 3 公報においては、粉体類 1 0 0 重量部に対してメチルヒドロジェンポリシロキサン 1 2 ～ 6 0 重量部で表面処理する方法が開示されている。

#### 【 0 0 0 7 】

また、特開平 7 - 1 9 6 9 4 6 公報では直鎖状の片末端アルコキシ変性シリコーンを用いた表面処理方法が開示されている。このように反応性オルガノポリシロキサンによる粉体処理は一般的に知られている技術であるが、いずれの場合も充分ではなく、特にメチルヒドロジェンポリシロキサン系の処理剤（メチルヒドロジェンポリシロキサン、ジメチルメチルヒドロジェンポリシロキサン）

においては粉体に表面処理後も未反応の S I - H が残存する為、その粉体を化粧料に配合した場合、その液性の条件によっては水素ガスが発生するなどの問題点がある。

#### 【 0 0 0 8 】

また片末端アルコキシ変性シリコンで処理された粉体は、プレス状の粉末化粧料として使用する場合は耐水性、耐皮脂性等問題点は少ないが、溶液系での使用においては処理効果が充分ではない。これはメチルヒドロジェンポリシロキサン系の処理剤に比べ粉体と反応する反応点が少なく、粉体表面に未処理の部分が残る為と考えられる。また、これらの粉体はいずれも油中に分散した場合、分散性の改良に効果は見られるが、十分なものではない。

#### 【 0 0 0 9 】

特開平 1 0 - 3 1 6 5 3 6 ではポリグリセリン変性シリコンで処理された改質粉体が報告されている。しかし、これはシリコン構造がリニアであり、油剤への分散性が十分でなく経時で分離したり、再分散性が悪く品質、使用感を損ねてしまうこともある。

#### 【 0 0 1 0 】

また、特開 2 0 0 2 - 3 8 0 1 3 ではアルコール性 O H 基を有する変性シリコンで処理された粉体組成物が報告され、トリグリセリン誘導体が例示されている。しかし、この場合水酸基をアセタールで保護したトリグリセリン誘導体をシリコンと付加反応させ、その後脱アセトン反応を行う必要があり、製造工程が長くなったり、ポットイールドが減少してしまう。また、脱アセトン反応が不十分で化粧料とした場合、経時でアセトンが副生してしまう可能性があり、また、特異なにおいを発生する可能性がある。

#### 【 0 0 1 1 】

##### 【特許文献 1】

特許 2 7 1 9 3 0 3 号公報

##### 【特許文献 2】

特開平 7 - 1 9 6 9 4 6 号公報

##### 【特許文献 3】

特開平 1 0 - 3 1 6 5 3 6 号公報

【特許文献 4】

特開 2 0 0 2 - 3 8 0 1 3 号公報

【0 0 1 2】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は表面活性の封鎖、耐水性、耐皮脂性などを付与し、かつ凝集性が少なく各油剤への分散性に優れた粉体組成物及び油中粉体分散物、並びにそれらを含むことによって使用性に優れ、良好な経時安定性を有する化粧料を提供する事を目的とする。

【0 0 1 3】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは上記目的を達成させるため鋭意研究を行った結果、シリコーン分岐型ポリグリセリン変性シリコーンと粉体及び／又は着色剤とからなる粉体組成物及び該シリコーン、粉体及び／又は着色剤及び油剤とからなる油中粉体分散物、並びにこれらを含む化粧料によって達成された。

【0 0 1 4】

本発明のシリコーン鎖が分岐したポリグリセリン変性シリコーンは、シリコーン構造が分岐しているため油剤への分散安定性が良好で、また、構造的にアルコール性OH基が局在化していることで粉体及び／又は着色剤への吸着が良好で油剤中、粉体及び／又は着色剤と分離することなく、経時安定性が良好であることを見出した。

【0 0 1 5】

特にシリコーン分岐型ポリグリセリン変性シリコーンを粉体処理剤とし、該処理剤で粉体の表面処理を行うことにより、粉体の表面活性を封鎖させることができ、さらに化粧料に使用した場合、サラサラとした使用感を有すると共に、油剤への分散性も良く、耐水性、耐皮脂性を有し化粧持ちを向上させ、良好な経時安定性を有する事が出来ることを見出し、本発明を完成させた。

【0 0 1 6】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳しく説明する。

本発明において使用されるシリコン分岐型のポリグリセリン変性シリコン化合物は下記一般式(1)で示されるものである。



### 【0017】

$\text{R}^1$ の具体例としてはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基等のアルキル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基、フェニル基、トリル基等のアリール基、ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基、トリフロロプロピル基、ヘプタデカフロロデシル基等のフッ素置換アルキル基などを挙げることができる。さらに3-アミノプロピル基、3-[(2-アミノエチル)アミノ]プロピル基などのアミノ置換アルキル基、3-カルボキシプロピル基等のカルボキシ置換アルキル基などがあげられる。

$\text{R}^1$ の一部は一般式 $-\text{C}_d\text{H}_{2d}-\text{O}-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_e(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_f\text{R}^4$ で表される有機基であっても良い。 $\text{R}^4$ は炭素数1~30の炭化水素基又は $\text{R}^5-(\text{CO})-$ で示される有機基であって $\text{R}^5$ は炭素数1~30の炭化水素基である。

特に、 $\text{R}^1$ 全体の50%以上がメチル基であることが好ましく、さらに好ましくは70%以上がメチル基であり、100%という事もあり得る。

### 【0018】

$d$ 、 $e$ 、 $f$ はそれぞれは $0 \leq d \leq 15$ 、 $0 \leq e \leq 50$ 、 $0 \leq f \leq 50$ の整数であり、アルコール残基及びアルケニルエーテル付加物残基である。

具体例としては、 $d=0$ の時： $-\text{O}-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_e(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_f\text{R}^4$

かつ $e=0$ 、 $f=0$ であれば炭素数1~30のアルコキシ基、例えばメトキシ基、ブトキシ基などの低級アルコキシ基からセチルアルコール、オレイルアルコール、ステアリルアルコールなどのセチロキシ基、オレイロキシ基、ステアロキシ基などの高級アルコキシ基があげられ、あるいは酢酸、乳酸、酪酸、オレイン酸

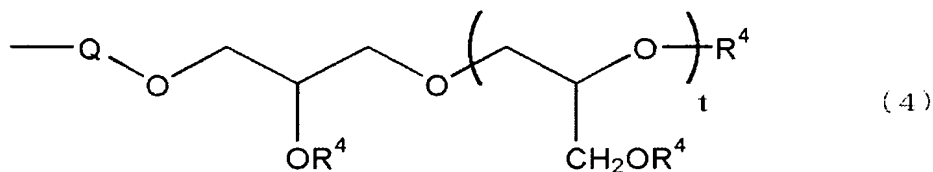
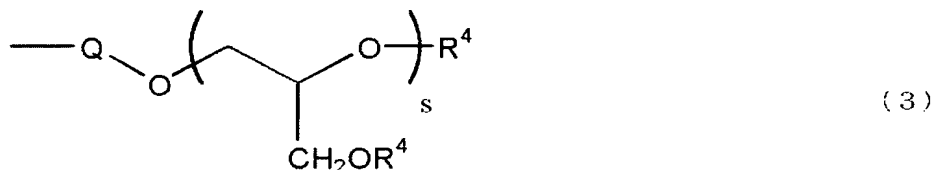
、ステアリン酸、ベヘニル酸などの脂肪酸残基があげらる。e,  $f > 1$  であれば高級アルコールのアルキレンオキサイド付加物（末端は水酸基）のアルコール残基となる。d が 1 以上、 $e = 0$ 、 $f = 0$  の場合は特に d が 3、5 あるいは 11 が好ましくこの場合はアリルエーテル、ペンテニルエーテル、ウンデセニルエーテル残基であり、 $R^4$  の置換基によって例えばアリルステアリルエーテル残基、ペンテニルベヘニルエーテル残基もしくはウンデセニルオレイルエーテル残基などがあげられる。

## 【0019】

e もしくは f が 0 でない場合は、ポリオキシアルキレンを介してアルコキシ基やエステル基が存在する事となる。ここで、e、f が何であれ、d が 0 の時は耐加水分解性に劣る場合があり、d が 15 以上であると油臭が強いため、3～5 であることが好ましい。

## 【0020】

$R^2$  は下記一般式 (3) 及び又は (4) で示され、 $R^4$  は水素基あるいは炭素数 1～30 のアルキル基、又は  $R^5 - (CO) -$  で示される有機基、 $R^5$  は炭素数 1～30 の炭化水素基である。



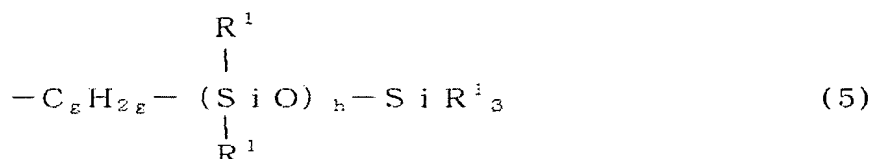
## 【0021】

Q はエーテル結合及びエステル結合を含有しても良い炭素数 3～20 の二価炭化水素基を示しており、たとえば  $-(CH_2)_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$ 、 $-(CH_2)_4-$ 、 $-(CH_2)_5-$ 、 $-(CH_2)_6-$ 、 $-(C$

H<sub>2</sub>) 7-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>8</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CH(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)-, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-O-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)-, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-COO(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-等を例示することができる。式中の s は 2 ~ 20 の整数、t は 1 ~ 20 の整数である。

### 【0022】

R<sup>3</sup> は下記一般式 (5) で表されるシリコン化合物である。



ここで、式中の g は 1 ~ 5 の整数であって、特にビニルシロキシ基と SiH 基との反応から合成する場合、g は 2 である。h は 0 ~ 500 であり、好ましくは 1 ~ 50 である。h が 500 より大きいと主鎖との反応性が悪くなるなどの問題が起こる事がある。

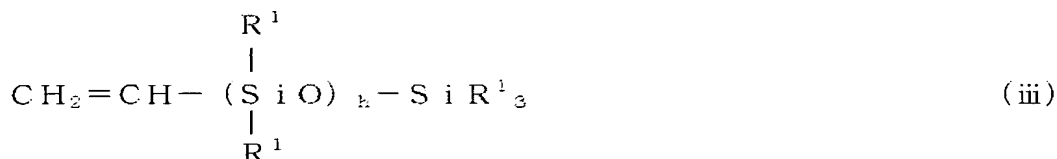
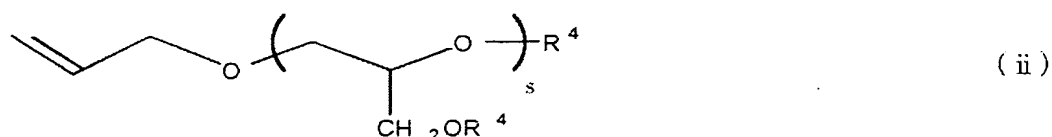
### 【0023】

上記 (5) のシリコン化合物は、公知の方法によりジビニルテトラメチルジシロキサンとヘキサメチルジシロキサンおよびオクタメチルシクロテトラシロキサンとの平衡化反応によって片末端ビニルシロキサンを合成することが可能であり、さらに 5 配位ケイ素錯体触媒やアニオン重合触媒によるヘキサメチルシクロトリシロキサンの開環重合法によって片末端封鎖率を向上させたシリコン化合物を合成することができる。

### 【0024】

本発明で用いる上記式 (1) のシリコン化合物は、オルガノハイドロジェンポリシロキサンと、例えば下記 (i)、(ii) で示されるアリルエーテル化合物、下記 (iii) で示されるビニルシリコン化合物、場合によってはさらにヘキセンなどのアルキレン化合物とを白金触媒又はロジウム触媒の存在下に付加反応させることにより容易に合成することができる。

## 【0025】



(但し、式中 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^4$ 、 $e$ 、 $f$ 、 $h$ 、 $s$ はそれぞれ上記と同様である。)ここで、オルガノハイドロジェンポリシロキサンとしては、直鎖状、環状のいずれでもよいが、付加反応を円滑に進めるためには主として直鎖状であることが好ましい。

## 【0026】

オルガノハイドロジェンポリシロキサンと上記一般式(ii)で示されるポリグリセリン化合物、上記一般式(iii)で示されるシリコン化合物、アルキレン化合物及び／又は上記一般式(i)で示される有機化合物との合計の混合割合は、 $\text{SiH}$ 基と末端不飽和基のモル比で0.5～2.0、好ましくは0.8～1.2である。

## 【0027】

上記付加反応は、白金触媒又はロジウム触媒の存在下で行うことが望ましく、具体的には塩化白金酸、アルコール変性塩化白金酸、塩化白金酸－ビニルシロキサン錯体等の触媒が好適に使用される。

## 【0028】

なお、触媒の使用量は触媒量とすることができるが、白金又はロジウム量で50ppm以下であることが好ましく特に20ppm以下であることが好ましい。上記付加反応は、必要に応じて有機溶剤中に行ってもよい。有機溶剤としては、例えばメタノール、エタノール、2-プロパノール、ブタノール等の脂肪族アル

コール、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素、*n*-ペンタン、*n*-ヘキサン、シクロヘキサン等の脂肪族または脂環式炭化水素、ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化炭化水素等が挙げられる。付加反応条件は特に限定されるものではないが、還流下で1～10時間反応させることが好ましい。

#### 【0029】

*a*は1.0～2.5、好ましくは1.2～2.3であり、*a*が1.0より小さいと油剤との相溶性に劣り、耐水性が得難く、2.5より大きいと親水性に乏しくなるため、粉体との反応性が乏しくなり安定な分散性を得がたい。*b*は0.001～1.5、好ましくは0.05～1.0であり、*b*が0.001より小さいと、親水性に乏しくなるため、粉体との反応性が乏しくなり安定な分散性を得がたく、1.5より大きいと親水性が高くなり過ぎるため、安定な分散性を得がたい。*c*は0.001～1.5、好ましくは0.05～1.0であり、*c*が0.001より小さいと、シリコン油との相溶性に劣り、安定な分散性を得難く、1.5より大きいと親水性に乏しくなるため、粉体との反応性が乏しくなり安定な分散性を得がたい。

#### 【0030】

上記式(1)のシリコン化合物の重量平均分子量は別に限定されないが、500～200000、特に1000～100000が好ましい。100,000を越えると粘度が高くなって、その表面処理粉体を化粧料に配合した場合の使用性が悪くなる。一方、300以下ではシリコンの特徴である滑らかさが得られない。特に1,000～10,000であることが好ましい。

#### 【0031】

また、本発明の粉体組成物、並びに油中粉体分散物に使用される粉体及び／又は着色剤としては、通常の化粧料に用いられるものであれば、その形状(球状、針状、板状等)や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を問わず、いずれのものも使用することができる。例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられる。

#### 【0032】



具体例を挙げると、無機粉体としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ等が挙げられる。

### 【0033】

有機粉体としては、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタン、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、6ナイロン、ジメチルシリコーンを架橋した構造を持つ架橋型シリコーン微粉末、架橋型シリコーン・網状シリコーンブロック共重合体、ポリメチルシルセスキオキサンの微粉末、スチレン・アクリル酸共重合体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、デンプン末、ラウロイルリジン等が挙げられる。

### 【0034】

界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等が挙げられ、有色顔料の具体例としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、 $\gamma$ -酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒

色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した合成樹脂粉体等が挙げられる。

#### 【0035】

パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等；金属粉末顔料としては、アルミニウムパウダー、銅パウダー、ステンレスパウダー等；タール色素としては、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、黄色204号、黄色401号、青色1号、青色2号、青色201号、青色404号、緑色3号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、橙色201号、橙色203号、橙色204号、橙色206号、橙色207号等；天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる粉体等が挙げられる。

#### 【0036】

これらの粉体の表面処理剤として一般式(1)で表されるシリコーン分岐型ポリグリセリンポリグリセリン変性シリコーンを使用する場合、前記(1)式のシリコーン分岐型ポリグリセリン変性シリコーンと粉体及び／又は着色剤の配合量は、粉体及び／又は着色剤100重量部に対して0.1～30重量部であることが好ましく、特に0.5～10重量部の範囲が好適である。

#### 【0037】

前記(1)式のシリコーン分岐型ポリグリセリン変性シリコーンは、公知の方法で粉体表面に処理することができる。例えば、以下の方法の中から適宜選択することが可能である。

1. 目的の粉体を、処理剤を配合した有機溶剤から選択される媒体中に分散して表面処理する方法。

2. 粉体と粉体処理剤を混合したのち、ボールミル、ジェットミルなどの粉碎器を用いて表面処理する方法。

3. 処理剤を溶剤に配合し、粉体を分散させて表面に吸着させた後、乾燥して焼結させる処理方法。

#### 【0038】

また、本発明の油中粉体分散物に使用される油剤としては、通常の化粧料に使用される液状油であれば、いずれの油剤も使用することができる。

例えば、シリコーン油としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体等の低粘度から高粘度のオルガノポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テトラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン、テトラメチルテトラフェニルシクロテトラシロキサン、テトラメチルテトラトリフロロプロピルシクロテトラシロキサン、ペンタメチルペンタトリフロロプロピルシクロペンタシロキサン等の環状シロキサン、高重合度のガム状ジメチルポリシロキサン、ガム状のジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体等のシリコーンゴムの環状シロキサン溶液、トリメチルシロキシケイ酸、トリメチルシロキシケイ酸の環状シロキサン溶液、アルキル変性シリコーン、アミノ変性シリコーン、フッ素変性シリコーン、シリコーン樹脂及びシリコーンレジンの溶解物等が挙げられる。フッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられる。

#### 【0039】

炭化水素油としては、直鎖状、分岐状、さらに揮発性の炭化水素油等が挙げられ、具体的には、 $\alpha$ -オレフィンオリゴマー、軽質イソパラフィン、軽質流動イソパラフィン、スクワラン、合成スクワラン、植物性スクワラン、スクワレン、流動パラフィン、流動イソパラフィン等が挙げられる。

#### 【0040】

エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシ

ル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸イソトリデシル、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリ-2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等が挙げられる。

#### 【0041】

グリセライド油としては、アセトグリセリル、トリイソオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、モノステアリン酸グリセリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリル、トリミリスチン酸グリセリル、ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセリル等が挙げられる。

#### 【0042】

高級脂肪酸としては、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、ドコサヘキサエン酸(DHA)、イソステアリン酸、乳酸等が挙げられ、高級アルコールとしては、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルデカノール、オクチルドデカ

ノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、モノオレイルグリセリルエーテル（セラキルアルコール）等が挙げられる。

#### 【0043】

また、天然動植物油剤及び半合成油剤としては、アボガド油、アーモンド油、オリーブ油、肝油、牛脚脂、キョウニン油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サザンカ油、サフラワー油、シナモン油、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、ナタネ油、日本キリ油、胚芽油、パーシク油、ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミンク油、メドウホーム油、綿実油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、落花生油、液状ラノリン、酢酸ラノリンアルコール、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、卵黄油等が挙げられる。

#### 【0044】

また、この油中粉体分散物は公知の方法で作ることができる。例えば

1. 上記のごとくして得た粉体組成物をエステル油やシリコーン油等の油剤中に添加して分散する方法
  2. 上記の油剤中にシリコーン化合物を溶解または分散し、これに粉体を添加してボールミル、ビーズミル、サンドミル等の分散機器で混合する方法
- などによって容易に得ることができる。該油中粉体分散物は、そのまま化粧料に配合できる。

#### 【0045】

本発明の（A）粉体組成物、及び油中粉体分散物は、各種の用途に使用することができるが、スキンケア製品、メイクアップ製品、頭髮製品、制汗剤製品、紫外線防御製品等の、特に皮膚や毛髪に外用されるすべての化粧料の原料として好適である。化粧料の種類及び剤形によって異なるが、おおむね上記A）粉体組成物、及び油中粉体分散物を化粧料全体に対して0.1～99重量%配合することができる。

#### 【0046】

本発明の化粧料には、その目的に応じて1種又は2種以上の（B）油剤を配合することができる。通常の化粧料に使用されるものであれば、固体、半固体、液

状、いずれの油剤も使用することができる。

#### 【0047】

例えば、天然動植物油脂類及び半合成油脂としては、アボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カボックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、セラックロウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パーシック油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル、卵黄油等が挙げられる。但し、POEはポリオキシエチレンを意味する。

#### 【0048】

炭化水素油として、オゾケライト、スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、パラフィンワックス、流動パラフィン、プリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等；高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸（EPA）、ドコサヘキサエン酸（DHA）、イソステアリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等が挙げられる。

#### 【0049】

高級アルコールとしては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パル

ミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル（バチルアルコール）、モノオレイルグリセリルエーテル（セラキルアルコール）等が挙げられる。

### 【0050】

エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸イソトリデシル、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリ-2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等；グリセライド油としては、アセトグリセリル、トリイソオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、モノステアリン酸グリセリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリル、トリミリスチン酸グリセリル、ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセリル等が挙げら

れる。

#### 【0051】

シリコーン油としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体等の低粘度から高粘度のオルガノポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テトラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン、テトラメチルテトラフェニルシクロテトラシロキサン、テトラメチルテトラトリフロロプロピルシクロテトラシロキサン、ペンタメチルペンタトリフロロプロピルシクロペンタシロキサン等の環状シロキサン、高重合度のガム状ジメチルポリシロキサン、ガム状のジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体等のシリコーンゴム、及びシリコーンゴムの環状シロキサン溶液、トリメチルシロキシケイ酸、トリメチルシロキシケイ酸の環状シロキサン溶液、ステアロキシシリコーン等の高級アルコキシ変性シリコーン、高級脂肪酸変性シリコーン、アルキル変性シリコーン、アミノ変性シリコーン、フッ素変性シリコーン、シリコーン樹脂及びシリコーンレジンの溶解物等が挙げられる。

#### 【0052】

フッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられる。

これらの（B）油剤の配合量は、剤系によっても異なるが、化粧品全体の1～98重量%の範囲が好適である。

#### 【0053】

本発明の化粧品には、その目的に応じて（C）水を配合することも出来る。その配合量は、剤系によっても異なるが、化粧品全体の1～95重量%の範囲が好適である。

#### 【0054】

本発明の化粧品には、その目的に応じて（D）分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物を1種又は2種以上、用いることもできる。本発明において添加することのできるアルコール性水酸基を有する化合物としては、エタノール、



イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等があり、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等のステロール、ブチレングリコール、プロピレングリコール、ジブチレングリコール、ペンチレングリコール等の多価アルコール等がある。配合量としては、化粧品全体の 0.1～98 重量%の範囲が好適である。

#### 【0055】

本発明の化粧品には、その目的に応じて（E）水溶性或いは水膨潤性高分子を 1 種又は 2 種以上、用いることもできる。

例えば、アラビアゴム、トラガカント、ガラクトン、キャロブガム、グアーガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインスシード（マルメロ）、デンプン（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）、アルゲコロイド、トランドガム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマーなど他の合成水溶性高分子、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、モンモリロナイト、バイデライト、ノントロナイト、サポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系水溶性高分子などがある。

#### 【0056】

また、これらの水溶性高分子には、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリド

ン等の皮膜形成剤も含まれる。配合量としては、化粧品全体の 0.1～25 重量 % の範囲が好適である。

#### 【0057】

本発明の化粧品には、その目的に応じて、前述の (A) 粉体組成物及び油中粉体分散物以外の (F) 粉体及び／又は着色剤を 1 種又は 2 種以上、用いることもできる。

粉体としては、(A) 粉体組成物及び油中粉体分散物に使用される粉体と同様、通常の化粧品に使用されるものであれば、その形状（球状、針状、板状等）や粒子径（煙霧状、微粒子、顔料級等）、粒子構造（多孔質、無孔質等）を問わず、いずれのものも使用することができる。例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられる。

#### 【0058】

それぞれの具体例は前述したとおりであるが、これらの粉体は本発明の効果を妨げない範囲で、粉体を複合化したものや一般油剤、シリコーン油、フッ素化合物、界面活性剤等で処理したものも使用することができ、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。また、配合量としては、化粧品全体の 0.1～99 重量 % の範囲が好適である。特に、粉末固形化粧料の場合の配合量としては、化粧品全体の 80～99 重量 % の範囲が好適である。

#### 【0059】

本発明の化粧品には、その目的に応じて 1 種又は 2 種以上の (G) 界面活性剤を用いることもできる。このような界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、特に制限されるものではなく、通常の化粧品に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。

#### 【0060】

以下に具体的に例示すると、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合物塩、アルカンスルホン酸塩、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドの

スルホン酸塩、ホルマリン縮合系スルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤等；カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリウム塩等が挙げられる。

#### 【0061】

非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、直鎖或いは分岐状ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、直鎖或いは分岐状ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、直鎖或いは分岐状ポリグリセリン変性オルガノポリシロキサン、直鎖或いは分岐状ポリグリセリン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等が挙げられ、両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体、アミドアミン型等が挙げられる。また、配合量としては、化粧品全体の0.1～20重量%、特に好ましくは、0.2～10重量%の範囲が好適である。

#### 【0062】

本発明の化粧料には、その目的に応じて1種又は2種以上の(H)架橋型オルガノポリシロキサンを用いることもできる。この架橋型オルガノポリシロキサンの架橋剤は、分子中に二つ以上のビニル性反応部位を持ち、かつ、ケイ素原子に直接結合した水素原子との間で反応することにより、架橋構造を形成することが好ましい。

#### 【0063】

また、この架橋型オルガノポリシロキサンは、自重以上の油剤を含み膨潤することが好ましい。油剤として $0.65 \sim 10.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ の低粘度シリコーン、炭化水素油、エステル油等が挙げられる。また、ポリオキシアルキレン部分、アルキル部分、アルケニル部分、アリール部分、及びフルオロアルキル部分からなる群から選択される少なくとも1種を架橋分子中に含有する架橋型オルガノポリシロキサンを使用することもできる。

架橋型オルガノポリシロキサンを用いる場合の配合量としては、化粧料の総量に対して $0.1 \sim 50$ 重量%が好ましく、更に好ましくは $1 \sim 30$ 重量%である。

#### 【0064】

本発明の化粧料には、その目的に応じて1種又は2種以上の(I)シリコーン樹脂を用いることもできる。

このシリコーン樹脂はアクリル/シリコーングラフト又はブロック共重合体のアクリルシリコーン樹脂であることが好ましい。また、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分及びフルオロアルキル部分、カルボン酸などのアニオン部分の中から選択される少なくとも1種を分子中に含有するアクリルシリコーン樹脂を使用することもできる。

#### 【0065】

更にこのシリコーン樹脂は構成成分としてMQ、MDQ、MT、MDT、MDTQ（ここで、Mは $\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$ 単位、Dは $\text{R}_2\text{SiO}$ 単位、Tは $\text{RSiO}_{3/2}$ 単位、Qは $\text{SiO}_2$ 単位を示す）と示されるシリコーン網状化合物であることが好ましい。また、ピロリドン部分、長鎖アルキル部部分、ポリオキシアルキレン部分及びフルオロアルキル部分、アミノ部分の中から選択される少なくとも1種を分子中に含有するシリコーン網状化合物使用することもできる。

## 【0066】

アクリルシリコン樹脂やシリコン網状化合物等のシリコン樹脂を用いる場合の配合量としては、化粧料の総量に対して0.1～20重量%が好ましく、更に好ましくは1～10重量%である。

## 【0067】

更に本発明の化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される成分、油溶性ゲル化剤、有機変性粘土鉱物、樹脂、制汗剤、紫外線吸収剤、紫外線吸収散乱剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分（美白剤、細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗脂漏剤等）、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物、毛髪用固形化剤等を添加することができる。

## 【0068】

油溶性ゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリステート等の金属セッケン、N-ラウロイル-L-グルタミン酸、 $\alpha$ 、 $\gamma$ -ジ- $n$ -ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、フラクトオリゴ糖ステアリン酸エステルなどのイヌリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等から選ばれるゲル化剤が挙げられる。

## 【0069】

制汗剤としては、アルミニウムクロロハイドレート、塩化アルミニウム、アルミニウムセスキクロロハイドレート、ジルコニルヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウムヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウムグリシン錯体等から選ばれる制汗剤が挙げられる。

## 【0070】

紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤、4-tert-ブチル-4'-メトキシ-ジベンゾイルメタン等のジベンゾイルメタン系紫外線吸収剤等が挙げられ、紫外線吸収散乱剤としては微粒子酸化チタン、微粒子鉄含有酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム及びそれらの複合体等、紫外線を吸収散乱する粉体が挙げられる。

#### 【0071】

保湿剤としては、グリセリン、ソルビトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ペンチレングリコール、グルコース、キシリトール、マルチトール、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシド等がある。

#### 【0072】

防菌防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

#### 【0073】

酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン、フィチン酸等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、DL-リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、

グリチルリチン酸及びその塩、グリチルレチン酸及びグリチルレチン酸ステアリル、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

#### 【0074】

美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸 $\beta$ -ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、 $\alpha$ -ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、 $\gamma$ -オリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられる。

#### 【0075】

ビタミン類としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシンジオクタノエート、ピリドキシントリパルミテート等のビタミンB6類、ビタミンB12及びその誘導体、ビタミンB15及びその誘導体等のビタミンB類、L-アスコルビン酸、L-アスコルビン酸ジパルミチン酸エステル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、L-アスコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム等のビタミンC類、エルゴカルシフェロール、コレカルシフェロール等のビタミンD類、 $\alpha$ -トコフェロール、 $\beta$ -トコフェロール、 $\gamma$ -トコフェロール、酢酸d1- $\alpha$ -トコフェロール、ニコチン酸d1- $\alpha$ -トコフェロール、コハク酸d1- $\alpha$ -トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンH、ビタミンP、ニコチン酸、ニコチン酸ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、パントテン酸カルシウム、D-パントテニルアルコール、パントテニルエチルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等のパントテン酸類、ビオチン等がある。

#### 【0076】

アミノ酸類としては、グリシン、バリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、

トレオニン、フェニルアラニン、アルギニン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸、シスチン、システイン、メチオニン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

#### 【0077】

毛髪固定用高分子化合物としては、両性、アニオン性、カチオン性、非イオン性の各高分子化合物が挙げられ、ポリビニルピロリドン、ビニルピロリドン／酢酸ビニル共重合体等の、ポリビニルピロリドン系高分子化合物、メチルビニルエーテル／無水マレイン酸アルキルハーフエステル共重合体等の酸性ビニルエーテル系高分子化合物、酢酸ビニル／クロトン酸共重合体等の酸性ポリ酢酸ビニル系高分子、（メタ）アクリル酸／アルキル（メタ）アクリレート共重合体、（メタ）アクリル酸／アルキル（メタ）アクリレート／アルキルアクリルアミド共重合体等の酸性アクリル系高分子化合物、N-メタクリロイルエチルーN、N-ジメチルアンモニウム・ $\alpha$ -N-メチルカルボキシベタイン／アルキル（メタ）アクリレート共重合体、ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート／ブチルアミノエチルメタクリレート／アクリル酸オクチルアミド共重合体等の両性アクリル系高分子化合物が挙げられる。また、セルロースまたはその誘導体、ケラチンおよびコラーゲンまたはその誘導体等の天然由来高分子化合物も好適に用いることができる。

#### 【0078】

本発明において化粧料とは、化粧水、乳液、クリーム、クレンジング、パック、オイルリキッド、マッサージ料、洗浄剤、脱臭剤、ハンドクリーム、リップクリーム等のスキンケア化粧料、メイクアップ下地、白粉、リキッドファンデーション、油性ファンデーション、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、口紅等のメイクアップ化粧料、シャンプー、リンス、トリートメント、セット剤等の毛髪化粧料、制汗剤、日焼け止め乳液や日焼け止めクリームなどの紫外線防御化粧料等が挙げられる。

#### 【0079】

またこれらの化粧料の形状としては、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペ



ースト状、ゲル状、粉末状、プレス状、多層状、ムース状、スプレー状、スティック状、ペンシル状等、種々の形態を選択することができる。

### 【0080】

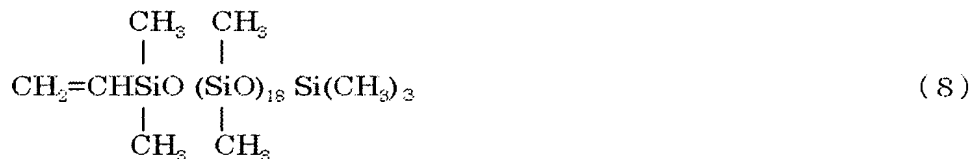
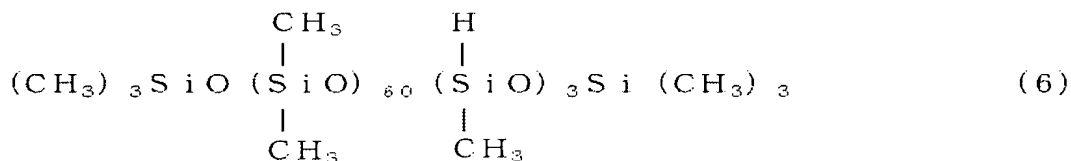
#### 【実施例】

以下に、本発明を実施例によって更に詳述するが本発明はこれによって限定されるものではない。尚、特に断らない限り、以下に記載する「%」は「質量%」を意味する。

### 【0081】

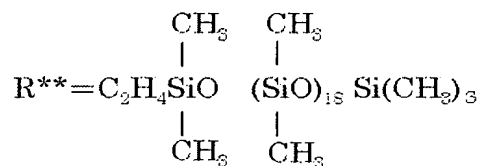
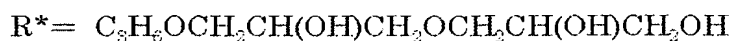
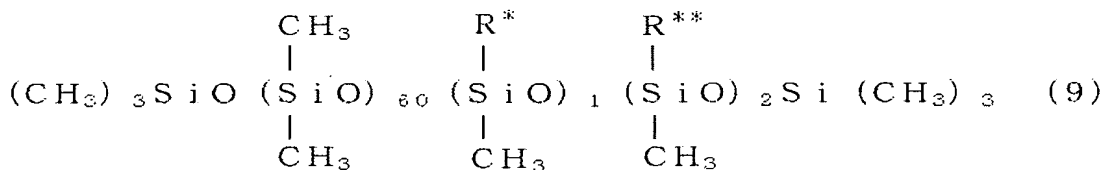
#### (製造例 1)

反応器に下記平均組成式 (6) で示されるオルガノハイドロジェンシロキサン 478 重量部と、イソプロピルアルコール 200 重量部、下記一般式 (7) で示されるジグリセリンモノアシルエーテル 21 重量部、下記一般式 (8) 片末端ビニル変性シリコーン 302 重量部を仕込み塩化白金酸 0.5 重量%のイソプロピルアルコール溶液 2 部を加えて溶剤の還流下に 6 時間反応させた。



### 【0082】

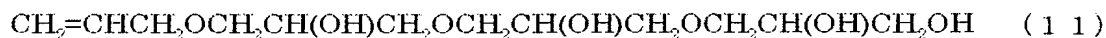
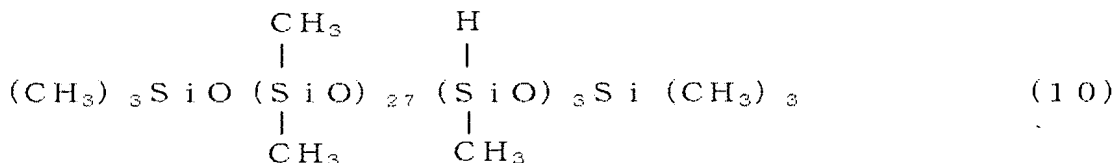
反応物を減圧下で加熱して溶剤を溜去し、下記平均組成式 (9) で示されるオルガノポリシロキサンを得た。この生成物は淡褐色透明な液状であり、粘度は 9500 c s (25℃) であった。



## 【0083】

(製造例2)

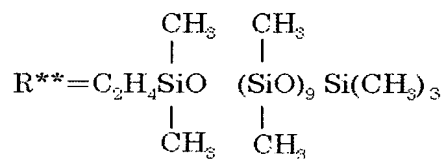
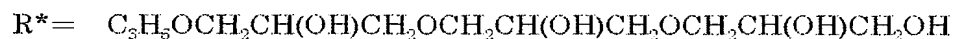
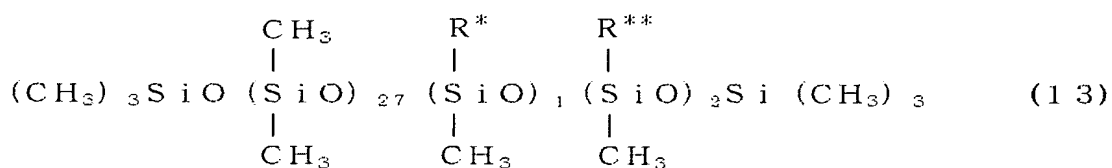
反応器に上記平均組成式(10)で示されるオルガノハイドロジェンシロキサン234重量部と、イソプロピルアルコール150重量部と下記一般式(11)で示されるトリグリセリンモノアシルエーテル26重量部、下記一般式(12)168重量部とを仕込み塩化白金酸0.5重量%のイソプロピルアルコール溶液2部を加えて溶剤の還流下に6時間反応させた。



## 【0084】

反応物を減圧下で加熱して溶剤を溜去し、下記平均組成式(13)で示される

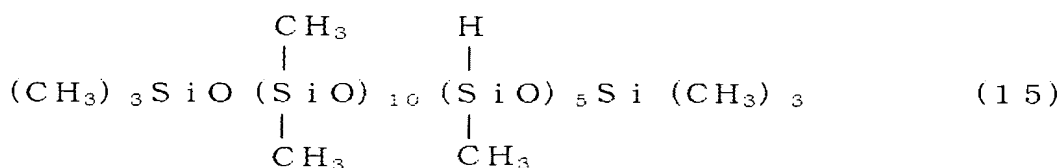
オルガノポリシロキサンを得た。この生成物は淡褐色透明な液状であり、粘度は 5300 c s (25℃) であった。



### 【0085】

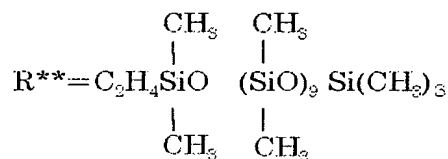
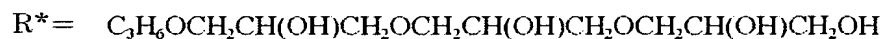
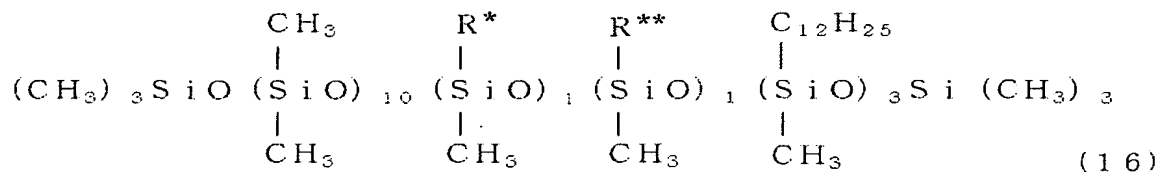
(製造例 3)

反応器に下記平均組成式 (15) で示されるオルガノハイドロジェンシロキサン 120 重量部とイソプロピルアルコール 200 重量部、前記一般式 (11) 28 重量部、前記一般式 (12) 84 重量部、1-ドデセン 51 重量部を仕込み塩化白金酸 0.5 重量%のイソプロピルアルコール溶液 2 部を加えて溶剤の還流下に 6 時間反応させた。



### 【0086】

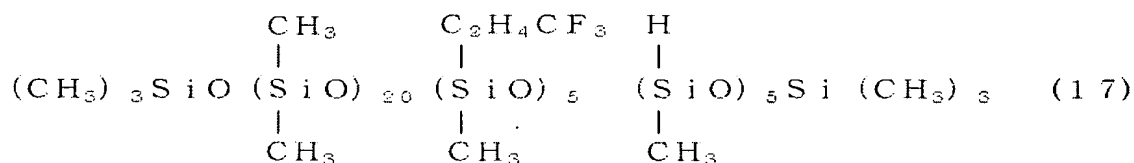
反応物を減圧下で加熱して溶剤を溜去し、下記平均組成式 (16) で示されるオルガノポリシロキサンを得た。この生成物は淡褐色透明な液状であり、粘度は 7000 c s (25℃) であった。



## 【0087】

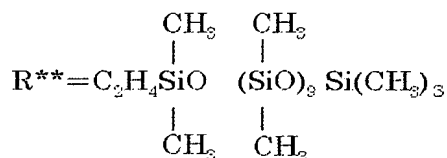
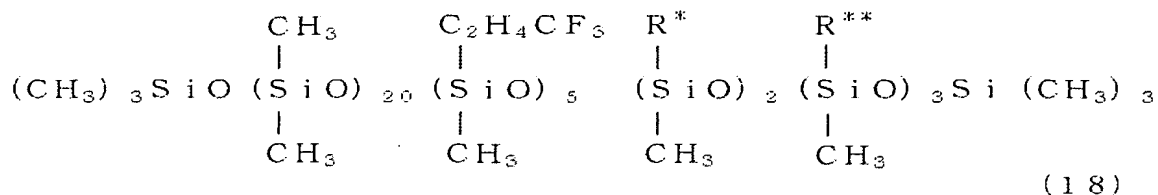
(製造例 4)

反応器に下記平均組成式 (17) で示されるオルガノハイドロジェンシロキサン 272 重量部と、イソプロピルアルコール 200 重量部、前記一般式 (11) のトリグリセリンモノア릴エーテル 53 重量部、前記一般式 (12) のオルガノポリシロキサン 252 重量部を仕込み塩化白金酸 0.5 重量%のイソプロピルアルコール溶液 2 部を加えて溶剤の還流下に 6 時間反応させた。



## 【0088】

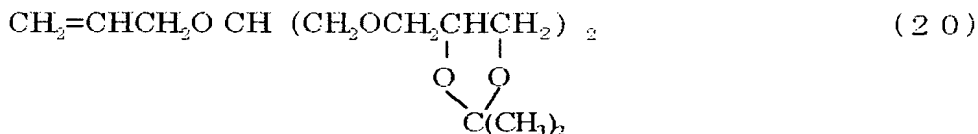
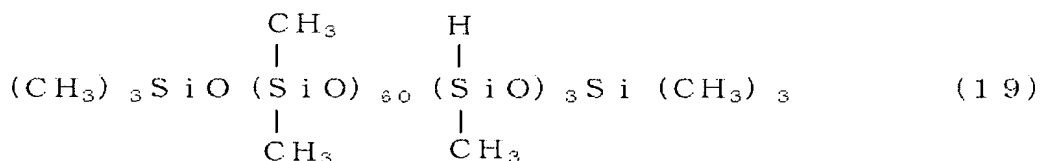
反応物を減圧下で加熱して溶剤を溜去し、下記平均組成式 (18) で示されるオルガノポリシロキサンを得た。この生成物は淡褐色透明な液状であり、粘度は 14000 c s (25℃) であった。



## 【0089】

(製造例5)

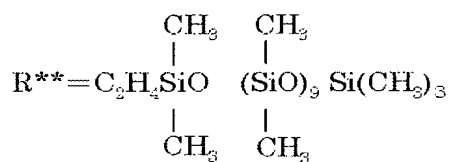
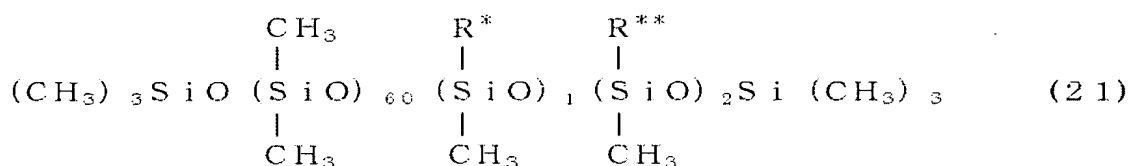
反応器に上記平均組成式(6)で示されるオルガノハイドロジェンシロキサン478重量部と、イソプロピルアルコール300重量部と下記一般式(20)で示される化合物36重量部、上記一般式(12)168重量部とを仕込み塩化白金酸0.5重量%のイソプロピルアルコール溶液2部を加えて溶剤の還流下に6時間反応させた。



## 【0090】

さらに0.025N塩酸水を100g添加し、還流下6時間脱アセトン反応を行った。反応物を減圧下で加熱して溶剤を溜去し、下記平均組成式(21)で示

されるオルガノポリシロキサンを得た。この生成物は淡褐色透明な液状であり、粘度は12000 c s (25℃)であった。



### 【0091】

#### 実施例 1

前記した製造例 1 のオルガノポリシロキサン 10 g をデカメチルシクロペンタシロキサン 50 g に溶解し、それに酸化チタン (MT-100TV、テイカ (株) 社製) 40 g を加えビーズミルを用いて分散させ、酸化チタン分散物 (a) を得た。

### 【0092】

#### 実施例 2

前記した製造例 2 のオルガノポリシロキサン 8 g をデカメチルシクロペンタシロキサン 42 g に溶解し、それに酸化亜鉛 (MZ505S、テイカ (株) 社製) 50 g を加えビーズミルを用いて分散させ、酸化亜鉛分散物 (b) を得た。

### 【0093】

#### 実施例 3

前記した製造例 3 のオルガノポリシロキサン 10 g をデカメチルシクロペンタシロキサン 40 g に溶解し、それに酸化亜鉛 (MZ505S、テイカ (株) 社製) 50 g を加えビーズミルを用いて分散させ、酸化亜鉛分散物 (c) を得た。

### 【0094】

## 実施例 4

前記した製造例 4 のオルガノポリシロキサン 8 g をデカメチルシクロペンタシロキサン 5 2 g に溶解し、それに酸化チタン (MT-1 0 0 TV、テイカ (株) 社製) 4 0 g を加えビーズミルを用いて分散させ、酸化チタン分散物 (d) を得た。

## 【0 0 9 5】

## 比較例 1

ポリエーテル変性シリコーン (KF 6 0 1 7, 信越化学工業製) 1 0 g をデカメチルシクロペンタシロキサン 4 0 g に溶解し、酸化亜鉛 (MZ 5 0 5 S、テイカ (株) 社製) 5 0 g を加え、ビーズミルを用いて分散させ、酸化亜鉛分散物 (e) を得た。

## 【0 0 9 6】

## 比較例 2

前記した製造例 5 でのオルガノポリシロキサン 1 0 g をデカメチルシクロペンタシロキサン 4 0 g に溶解し、酸化チタン (MT-1 0 0 TV、テイカ (株) 社製) 4 0 g を加え、ビーズミルを用いて分散させ、酸化チタン分散物 (f) を得た。

## 【0 0 9 7】

## 実施例 5

前記した製造例 1 のオルガノポリシロキサン 5 g をイソプロピルアルコールに溶解し、酸化チタン (MT-1 0 0 TV、テイカ (株) 社製) 4 0 g を加え分散させ、溶媒を留去し、酸化チタン組成物 (g) を得た。

## 【0 0 9 8】

## 実施例 6

前記した製造例 2 のオルガノポリシロキサン 5 g をイソプロピルアルコールに溶解し、酸化亜鉛 (MZ 5 0 5 S、テイカ (株) 社製) 5 0 g を加え分散させ、溶媒を留去し、酸化亜鉛組成物 (h) を得た。

## 【0 0 9 9】

## 実施例 7

前記した製造例 3 のオルガノポリシロキサン 8 g をイソプロピルアルコールに溶解し、酸化亜鉛 (MZ 505 S、テイカ (株) 社製) 50 g を加え分散させ、溶媒を留去し、酸化亜鉛組成物 (I) を得た。

【0100】

#### 実施例 8

前記した製造例 4 のオルガノポリシロキサン 10 g をイソプロピルアルコールに溶解し、酸化チタン (MT-100TV、テイカ (株) 社製) 40 g を加え分散させ、溶媒を留去し、酸化チタン組成物 (j) を得た。

【0101】

#### 比較例 3

ポリエーテル変性シリコーン (KF 6017、信越化学工業製) 10 g イソプロピルアルコールに溶解し、酸化亜鉛 (MZ 505 S、テイカ (株) 社製) 50 g を加え分散させ、溶媒を留去し、酸化亜鉛組成物 (k) を得た。

【0102】

#### 比較例 4

前記した製造例 5 でのオルガノポリシロキサン 10 g を 5 g に溶解し、酸化チタン (MT-100TV、テイカ (株) 社製) 40 g を加え、溶媒を留去し、酸化チタン組成物 (l) を得た。

【0103】

#### 『分散性評価』

粉体の濃度が 5 % になるように、実施例 1 から 8 及び比較例 1 から 4 の粉体分散物および粉体組成物をデカメチルシクロペンタシロキサンに混合して、この混合液を 50 ml 沈降管にいれ、2 日後の沈降性を目視にて観察した。結果は下記表に示した通りである

	沈降性 (%)		沈降性 (%)
実施例 1	0.3	実施例 7	0.8
実施例 2	0.6	実施例 8	0.9
実施例 3	0.7	比較例 1	7.5
実施例 4	0.3	比較例 2	0.8
実施例 5	0.5	比較例 3	8.5
実施例 6	0.8	比較例 4	0.5



実施例 1 から 8、比較例 2，4 はいずれも均一で沈降することなく、分散性は良好であった。しかし、比較例 1，3 は不均一となり沈降していた。

【0 1 0 4】

実施例 9 ～ 1 6、比較例 5 ～ 6

また、表 1 の組成のサンスクリーン剤を調整し、その品質を評価した。尚、単位は「部」である。

【表1】

	実施例										比較例	
	9	10	11	12	13	14	15	16	5	6		
1、KF96 6cs	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
2、KSG-210	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
3、トリイソクタン酸グリセリル	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
4、KF-6019	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
5、パラメトキシケイ皮酸オクチル	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
6、塩化ナトリウム	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
7、1,3-ブチレンジグリコール	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
8、デカメチルシクロペンタシロキサン	—	—	—	—	30	25	30	30	—	25	—	25
9、精製水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
10、香料	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
11、酸化チタン分散物 (a) [実施例1]	50	50	50	50	20	25	20	20	50	25	50	25
12、酸化亜鉛分散物 (b) [実施例2]												
13、酸化亜鉛分散物 (c) [実施例3]												
14、酸化チタン分散物 (d) [実施例4]												
15、酸化チタン組成物 (g) [実施例5]												
16、酸化亜鉛組成物 (h) [実施例6]												
17、酸化亜鉛組成物 (i) [実施例7]												
18、酸化チタン組成物 (j) [実施例8]												
19、酸化亜鉛分散物 (e) [比較例1]												
20、酸化チタン組成物 (l) [比較例4]												
評価結果	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
1、分散安定性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
2、使用感	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
さらさら感	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
伸び	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
化粧膜の透明性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
べたつきのなさ	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
日焼け止め効果	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
におい	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎

KF-96:ジメチルポリシロキサン、KSG-210:架橋型ポリエーテル変性シリコーン、KF-6019:ポリエーテルシリコーン

(信越化学工業(株) 社製)

## 【0105】

サンスクリーン剤調整方法

実施例 9 から 12、比較例 5 の場合

A：1，2，3，4 を均一に混合する。

B：6，7，9 を均一に混合する。

C：A に B を添加し乳化する。

D：C に 5，10，11～14、19 を加えサンスクリーン剤を得た。

実施例 13 から 16、比較例 6 の場合

A：1，2，3，4 を均一に混合した後、8、10、15 から 18、20 を添加する。

B：6，7，9 を均一に混合する。

C：A に B を添加し乳化する。

D：C に 5 を加えサンスクリーン剤を得た。

## 【0106】

表 1 の品質の評価は次のようにして行った。

1. 粉体の分散安定性

サンスクリーン剤を室温にて 1 ヶ月静置した後、粉体の凝集性を観察し、下記基準より判定した。

評価基準 ◎：粉体の凝集性が観察されない

○：わずかに粉体の凝集が観察される

△：粉体の凝集傾向が観察される

×：明らかに粉体の凝集が観察される

## 【0107】

2. 使用感評価

得られたサンスクリーン剤について、50 名の女性のパネラーに、さらさら感、伸び、化粧膜の透明性、肌のべたつき感、日焼け止め効果、においについて、下記基準より 5 段階評価した。得られた平均点について、実施例毎に下記の基準に従って○×で判定した。

評価基準

5 点	良い
4 点	やや良い
3 点	普通
2 点	やや悪い
1 点	悪い

平均点の判定：

得られた平均点が 4 . 5 点以上	◎
得られた平均点が 3 . 5 点以上 4 . 5 点未満	○
得られた平均点が 2 . 5 点以上 3 . 5 点未満	△
得られた平均点が 1 . 5 点以上 2 . 5 点未満	×

### 【 0 1 0 8 】

表 1 の結果から明らかなように、本発明の実施例 9 から 1 6 は粉体の凝集がなく分散性に優れていた。また、使用感に関してもいずれの項目で良好であった。それに対しポリエーテルシリコーンを添加した比較例 5 はわずかに粉体の凝集がみられ、化粧膜の透明性が劣り、使用感においても十分な感触を得ることができなかった。また比較例 6 では粉体の凝集がなく分散性に優れ、使用感も優れていたが、においの項目で特異臭がしていた。

### 【 0 1 0 9 】

実施例 1 7：水中油型クリーム

(成分)	質量 (%)
1. エタノール	1 7 . 0
2. プロピレングリコール	3 . 0
3. ポリエーテル変性シリコーン (注 1)	0 . 5
4. トリオクタン酸グリセリル	2 . 0
5. オルガノポリシロキサン (製造例 1) 処理セリサイト (注 2)	3 . 0
6. ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注 3)	5 . 0
7. カルボキシビニルポリマー (1 % 水溶液)	2 0 . 0
8. キサンタンガム (2 % 水溶液)	6 . 0
9. トリエタノールアミン	0 . 2

10. 防腐剤	適 量
11. 香料	適 量
12. 精製水	60.8

(注1) ポリエーテル変性シリコーン; KF-6011 (信越化学工業(株)製)

(注2) オルガノポリシロキサン処理セリサイト;

前記した製造例1のオルガノポリシロキサン2gをイソプロピルアルコールに溶解し、セリサイト98gを加え分散させ、溶媒を留去し加熱熟成し得られた処理セリサイト

(注3) ハイブリッドシリコーン複合粉体; KSP-100 (信越化学工業(株)製)

### 【0110】

(製造方法)

A: 成分1~6を混合する。

B: 成分7~12を混合溶解する。

C: AをBに加えて攪拌乳化する。

以上のようにして得られた水中油型クリームは、キメが細かく、のび広がりが高く、べたつきや油っぽさがなく上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に化粧持ちも非常に良く、温度変化や経時による変化がなく安定性に優れていることがわかった。

### 【0111】

実施例18: 水中油型クリーム

(成分)	質量 (%)
1. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注1)	10.0
2. トリオクタン酸グリセリル	5.0
3. ジプロピレングリコール	7.0
4. グリセリン	5.0
5. メチルセルロース (2%水溶液) (注2)	7.0
6. ポリアクリルアミド系乳化剤 (注3)	2.0

7. オルガノポリシロキサン（製造例2）処理マイカチタン（注4）	1. 0
8. 防腐剤	適 量
9. 香料	適 量
10. 精製水	63. 0

（注1）架橋型ジメチルポリシロキサン；KSG-16（信越化学工業（株）製）

（注2）メチルセルロース；メトロースSM-4000（信越化学工業（株）製）

（注3）ポリアクリルアミド系乳化剤；セピゲル305（SEPIC製）

（注4）製造例2のオルガノポリシロキサン2gをイソプロピルアルコールに溶解し、マイカチタン98gを加え分散させ、溶媒を留去し得られた処理マイカチタン

### 【0112】

（製造方法）

A：成分3～10を混合する。

B：成分1～2を混合溶解し、Aを加えて攪拌乳化する。

以上のようにして得られた水中油型クリームは、キメが細かく、のび広がりが高く、べたつきや油っぽさがない上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に化粧持ちも非常に良く、温度変化や経時による変化がなく安定性に優れていることがわかった。

### 【0113】

実施例19：油中水型クリーム

（成分）	質量（％）
1. ジメチルポリシロキサン（6mm <sup>2</sup> /秒（25℃）	6. 0
2. メチルフェニルポリシロキサン	4. 0
3. スクワラン	5. 0
4. ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3. 0
5. ポリエーテル変性シリコーン（注1）	3. 0
6. 疎水化微粒子酸化チタン（注2）	2. 0

7. 硫酸マグネシウム	0.7
8. グリセリン	10.0
9. 防腐剤	適量
10. 香料	適量
11. 精製水	残量

(注1) ポリエーテル変性シリコーン; KF6012 (信越化学工業(株)製)

(注2) 疎水化处理微粒子酸化チタン粉体; 平均粒径  $0.05\ \mu\text{m}$  の微粒子酸化チタンを10重量%になるように水に分散させ、次いで  $\text{SiO}_2$  換算で酸化チタンに対して2重量%に相当する10重量%ケイ酸ナトリウム溶液 ( $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  モル比 = 0.5) を加えて十分攪拌した後、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  換算で酸化チタンに対して7.5重量%に相当する10重量%硫酸アルミニウム溶液を徐々に添加し、酸化チタンの表面にケイ酸の水和物及びアルミナの水和物を沈着させた。反応終了後、ろ過・洗浄・乾燥した後、ジェットミルで粉碎した。これをヘンシェルミキサーに移し、十分攪拌しつつオルガノポリシロキサン(製造例3)を2重量%添加し、混合攪拌した後、 $120^\circ\text{C}$  で焼成処理を行った。

#### 【0114】

(製造方法)

A: 成分1~5を加熱混合し、成分6を添加して均一に混合した。

B: 成分7~9及び11を加熱溶解した。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分10を添加し、クリームを得た。

以上のようにして得られた油中水型クリームは、キメが細かく、のび広がりが軽く、べたつきや油っぽさがない上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に化粧持ちも非常に良く、温度変化や経時による変化がなく安定性に優れていることがわかった。

#### 【0115】

実施例20: 油中水型クリーム

(成分)

質量 (%)

1. アルキル変性架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注1)	6.0
--------------------------------	-----

2. 流動パラフィン	13.5
3. マカデミアナッツ油	5.0
4. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注2)	0.5
5. ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注3)	3.0
6. 酸化チタン分散物 (注4)	2.0
7. クエン酸ナトリウム	0.2
8. プロピレングリコール	8.0
9. グリセリン	3.0
10. 防腐剤	適量
11. 香料	適量
12. 精製水	58.8

(注1) アルキル変性架橋型ポリエーテル変性シリコーン; KSG-310 (信越化学工業(株)製)

(注2) アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン; KF-6026 (信越化学工業(株)製)

(注3) ハイブリッドシリコーン複合粉体; KSP-100 (信越化学工業(株)製)

(注4) 酸化チタン分散物:

前記した製造例3のオルガノポリシロキサン10gをイソノナン酸イソトリデシル50gに溶解し、それに酸化チタン(MT-100TV、テイカ(株)社製)40gを加えビーズミルを用いて分散させ、酸化チタン分散物を得た。

#### 【0116】

(製造方法)

A: 成分1~6を混合する。

B: 成分7~12を混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化する。

以上のようにして得られた油中水型クリームは、キメが細かく、のび広がりが高く、べたつきや油っぽさがない上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に化粧持ちも非常に良く、温度変化や経時による変化がなく安定性に優れていることがわかった。



## 【0117】

## 実施例 21: 油中水型クリーム

(成分)	質量 (%)
1. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	4.0
2. ポリエーテル変性シリコーン (注1)	5.0
3. POE (5) オクチルドデシルエーテル	1.0
4. モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン (20 E. O.)	0.5
5. 無水ケイ酸処理酸化亜鉛 (注2)	2.0
6. 実施例 1 の酸化チタン分散物 (A)	25.0
7. 流動パラフィン	2.0
8. マカデミアンナッツ油	1.0
9. オウゴンエキス (注3)	1.0
10. ゲンチアナエキス (注4)	0.5
11. エタノール	5.0
12. 1, 3-ブチレングリコール	2.0
13. 防腐剤	適量
14. 香料	適量
15. 精製水	残量

(注1) ポリエーテル変性シリコーン; KF6019 (信越化学工業 (株) 製)

(注2) 無水ケイ酸処理酸化亜鉛; 酸化亜鉛を 50% 内包した粒子径 0.01 ~ 10 μm のシリカ; サンスフェア SZ-5 (旭硝子製)

(注3) オウゴンエキス; 50% 1, 3-ブチレングリコール水で抽出したもの

(注4) ゲンチアナエキス; 20% エタノール水で抽出したもの

## 【0118】

## (製造方法)

A: 成分 5 ~ 8 を均一に混合分散する。

B: 成分 1 ~ 4 を混合し、A を加える。

C: 成分 9 ~ 14 及び 16 を混合した後、B を加えて乳化する。

D: Cを冷却し、成分15を加えてクリームを得た。

以上のようにして得られた油中水型クリームは、キメが細かく、べたつきがなく、のび広がりも軽い上密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、また、温度変化や経時によって変化することがなく、安定性にも優れていることがわかった。

### 【0119】

#### 実施例22: アイライナー

(成分)	質量 (%)
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	14.0
2. ポリエーテル変性シリコーン (注1)	3.0
3. 有機シリコーン樹脂 (注2)	15.0
4. ジオクタデシルジメチルアンモニウム塩変性モンモリロナイト	3.0
5. 黒酸化鉄分散物 (注3)	25.0
6. 1, 3-ブチレングリコール	5.0
7. デヒドロ酢酸ナトリウム	適量
8. 防腐剤	適量
9. 精製水	残量

(注1) ポリエーテル変性シリコーン; KF-6017 (信越化学工業 (株) 製)

(注2) 有機シリコーン樹脂; KF-7312J (信越化学工業 (株) 製)

(注3) 黒酸化鉄分散物;

黒酸化鉄	40%
製造例4のオルガノポリシロキサン	10%
デカメチルシクロペンタシロキサン	50%
をビーズミルにて分散させた分散物	

### 【0120】

(製造方法)

A: 成分1~4を混合し、成分5を加えて均一に混合分散した。

B: 成分6~9を混合した。

C: BをAに徐添して乳化し、アイライナーを得た。

以上のようにして得られたアイライナーは、のびが軽くて描きやすく、清涼感があってさっぱりとし、更にべたつきがない使用感であった。また、温度変化や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れており、耐水性、耐汗性に優れることはもとより、化粧持ちも非常に良いことが確認された。

### 【0121】

#### 実施例 23: ファンデーション

(成分)	質量 (%)
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	45.0
2. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	5.0
3. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注1)	3.0
4. ポリエーテル変性シリコーン (注2)	1.0
5. オクタデシルジメチルベンジルアンモニウム塩変性モンモリロナイト	4.0
6. オルガノポリシロキサン (製造例1) 処理酸化チタン (注3)	10.0
7. オルガノポリシロキサン (製造例1) 処理タルク (注3)	6.0
8. オルガノポリシロキサン (製造例1) 処理マイカ (注3)	6.0
9. オルガノポリシロキサン (製造例1) 処理ベンガラ (注3)	1.6
10. オルガノポリシロキサン (製造例1) 処理黄酸化鉄 (注3)	0.7
11. オルガノポリシロキサン (製造例1) 処理黒酸化鉄 (注3)	0.2
12. ジプロピレングリコール	5.0
13. パラオキシ安息香酸メチルエステル	0.3
14. 2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール	0.2
15. 塩酸	0.1
16. 香料	適量
17. 精製水	残量

(注1) 架橋型ポリエーテル変性シリコーン; KSG-210 (信越化学工業 (株) 製)

(注2) ポリエーテル変性シリコーン; KF-6019 (信越化学工業 (株) 製)

)

(注 3) 各処理粉体；製造例 1 のオルガノポリシロキサン 2 g をイソプロピルアルコールに溶解し、各粉体 9 8 g を加え分散させ、溶媒を留去し得られた処理粉体

## 【 0 1 2 2 】

(製造方法)

A：成分 1 ～ 5 を加熱混合し、成分 6 ～ 1 1 を添加して均一にした。

B：成分 1 2 ～ 1 5 及び 1 7 を加熱溶解した。(水系の pH は 9. 0)

C：攪拌下、A に B を徐添して乳化し、冷却した後成分 1 6 を添加しファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、キメが細かい上、のび広がりが軽くてべたつきや油っぽさがなく、しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に、化粧持ちも良く、温度変化や経時による変化がなく、安定性にも優れていることがわかった。

## 【 0 1 2 3 】

実施例 2 4：クリームアイシャドウ

(成分)	質量 (%)
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	1 5. 0
2. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (2 5℃))	1 0. 0
3. 分岐型ポリエーテル変性シリコーン (注 1)	2. 0
4. P E G (1 0) ラウリルエーテル	0. 5
5. オルガノポリシロキサン (製造例 2) 処理酸化クロム (注 2)	6. 2
6. オルガノポリシロキサン (製造例 2) 処理群青 (注 2)	4. 0
7. オルガノポリシロキサン (製造例 2) 処理チタン被覆マイカ (注 2)	6. 0
8. 塩化ナトリウム	2. 0
9. プロピレングリコール	8. 0
1 0. 防腐剤	適 量
1 1. 香料	適 量

## 12 精製水

残 量

分岐型ポリエーテル変性シリコン; KF6028 (信越化学工業 (株) 製)

各処理粉体;

製造例2のオルガノポリシロキサン3gをイソプロピルアルコールに溶解し、各粉体97gを加え分散させ、溶媒を留去し得られた処理粉体

## 【0124】

(製造方法)

A: 成分1~4を混合し、成分5~7を添加して均一に分散した。

B: 成分8~10及び12を均一溶解した。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、成分11を添加してアイシャドウを得た。

以上のようにして得られたクリームアイシャドウは、のび広がり軽い上油っぽさや粉っぽさがなく、みずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性、耐汗性が良好で持ちも良く、化粧崩れしにくい上、温度変化や経時による変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

## 【0125】

実施例25: 口紅

(成分)	質量 (%)
1. キャンデリラワックス	8.0
2. ポリエチレンワックス	8.0
3. 長鎖アルキル含有アクリルシリコン樹脂 (注1)	12.0
4. メチルフェニルポリシロキサン (注2)	3.0
5. イソノナン酸イソトリデシル	20.0
6. イソステアリン酸グリセリル	16.0
7. トリイソステアリン酸ポリグリセリル	28.5
8. オルガノポリシロキサン (製造例3) 処理赤色202 (注3)	0.8
9. オルガノポリシロキサン (製造例3) 処理ベンガラ (注3)	1.5
10. オルガノポリシロキサン (製造例3) 処理黄酸化鉄 (注3)	1.0
11. オルガノポリシロキサン (製造例3) 処理黒酸化鉄 (注3)	0.2

- |                                  |      |
|----------------------------------|------|
| 12. オルガノポリシロキサン（製造例3）処理酸化チタン（注3） | 1. 0 |
| 13. 防腐剤                          | 適 量  |
| 14. 香料                           | 適 量  |

（注1）長鎖アルキル含有アクリルシリコーン樹脂；KP-561P（信越化学工業（株）製）

（注2）メチルフェニルポリシロキサン；KF-54（信越化学工業（株）製）

各処理粉体；

製造例3のオルガノポリシロキサン2gをイソプロピルアルコールに溶解し、各粉体98gを加え分散させ、溶媒を留去し得られた処理粉体

### 【0126】

（製造方法）

A：成分1～6及び7の一部を加熱混合、溶解する。

B：成分8～14及び7の残部を均一混合し、Aに加えて均一にする。

以上のようにして得られた口紅は、のびが軽くて油っぽさや粉っぽさがない上、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、安定性にも優れているものであった。

### 【0127】

実施例26：アイライナー

（成分）	質量（％）
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	6. 0
2. ジメチルポリシロキサン（6mm <sup>2</sup> /秒（25℃））	5. 0
3. ホホバ油	2. 0
4. ポリエーテル変性シリコーン（注1）	1. 0
5. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン（注2）	1. 0
6. アクリルシリコーン樹脂（注3）	15. 0
7. オルガノポリシロキサン（製造例4）処理黒酸化鉄（注4）	20. 0
8. エタノール	5. 0
9. 腐剤	適 量
10. 精製水	残 量

(注1) ポリエーテル変性シリコーン；KF6017（信越化学工業（株）製）

(注2) アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン；KF6026（信越化学工業（株）製）

(注3) アクリルシリコーン樹脂；KP545（信越化学工業（株）製）

(注4) オルガノポリシロキサン処理黒酸化鉄；製造例4のオルガノポリシロキサン2gをイソプロピルアルコールに溶解し、黒酸化鉄98gを加え分散させ、溶媒を留去し得られたオルガノポリシロキサン処理黒酸化鉄

### 【0128】

（製造方法）

A：成分1～6を加温混合し、成分7を添加して均一に分散した。

B：成分8～10を加温溶解した。

C：攪拌下、AにBを徐添して乳化し、アイライナーを得た。

以上のようにして得られたアイライナーは、のびが軽くて油っぽさや粉っぽさがない上、みずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性、耐汗性が良好で持ちも良く、化粧崩れしにくい上、温度変化や経時による変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

### 【0129】

実施例27：液状乳化ファンデーション

（成分）	質量（％）
1. ジメチルポリシロキサン（6mm <sup>2</sup> /秒（25℃））	4.5
2. デカメチルシクロペンタシロキサン	15.0
3. スクワラン	4.0
4. ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3.0
5. ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセライド	2.0
6. α-モノイソステアリルグリセリルエーテル	1.0
7. ポリエーテル変性シリコーン（注1）	1.0
8. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン（注2）	0.5
9. ジステアリン酸アルミニウム塩	0.2
10. オルガノポリシロキサン（製造例2）処理酸化チタン（注3）	5.0

1 1. オルガノポリシロキサン（製造例 4）処理セリサイト（注 3）	2. 0
1 2. オルガノポリシロキサン（製造例 4）処理タルク（注 3）	3. 0
1 3. オルガノポリシロキサン（製造例 4）処理ベンガラ（注 3）	0. 4
1 4. オルガノポリシロキサン（製造例 4）処理黄酸化鉄（注 3）	0. 7
1 5. オルガノポリシロキサン（製造例 4）処理黒酸化鉄（注 3）	0. 1
1 6. 硫酸マグネシウム	0. 7
1 7. グリセリン	3. 0
1 8. 防腐剤	適 量
1 9. 香料	適 量
2 0. 精製水	残 量

（注 1）ポリエーテル変性シリコーン；KF 6 0 1 9（信越化学工業（株）製）

（注 2）アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン；KF 6 0 2 6（信越化学工業（株）製）

（注 3）各処理粉体；

製造例 4 のオルガノポリシロキサン 2 g をイソプロピルアルコールに溶解し、各粉体 9 8 g を加え分散させ、溶媒を留去し得られた処理粉体

### 【0 1 3 0】

（製造方法）

A：成分 1 ～ 9 を加熱混合し、成分 1 0 ～ 1 5 を添加して均一にした。

B：成分 1 6 ～ 1 8 及び 2 0 を加熱溶解した。

C：攪拌下、A に B を徐添して乳化し、冷却して成分 1 9 を添加し液状乳化ファンデーションを得た。

以上のようにして得られた液状乳化ファンデーションは、粘度が低くキメが細かく、のび広がりが軽くてべたつきや油っぽさがない上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に、化粧持ちも良く、温度変化や経時による変化がない上安定性にも優れていることがわかった。

### 【0 1 3 1】

実施例 2 8：液状乳化ファンデーション

（成分）

質量（％）



1. デカメチルシクロペンタシロキサン	16.0
2. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	8.0
3. パラメトキシケイ皮酸オクチル	3.0
4. 12-ヒドロキステアリン酸	1.0
5. フッ素変性シリコーン (注1)	15.0
6. フッ素アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注2)	5.0
7. 球状ポリメチルシルセスキオキサン粉体 (注3)	3.0
8. オルガノポリシロキサン (製造例3) 処理微粒子酸化チタン (注4)	8.0
9. オルガノポリシロキサン (製造例3) 処理雲母チタン (注4)	1.0
10. オルガノポリシロキサン (製造例3) 処理酸化チタン (注4)	5.0
11. オルガノポリシロキサン (製造例3) 処理ベンガラ (注4)	0.9
12. オルガノポリシロキサン (製造例3) 黄酸化鉄 (注4)	2.0
13. オルガノポリシロキサン (製造例3) 黒酸化鉄 (注4)	1.0
14. エタノール	15.0
15. グリセリン	3.0
16. 硫酸マグネシウム	1.0
17. 防腐剤	適量
18. 香料	適量
19. 精製水	残量

(注1) フッ素変性シリコーン; FL-50 (信越化学工業 (株) 製)

(注2) フッ素アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン; FPD-4694 (信越化学工業 (株) 製)

(注3) 球状ポリメチルシルセスキオキサン粉体; KMP 590 (信越化学工業 (株) 製)

(注4) 各処理粉体; 製造例3のオルガノポリシロキサン2gをイソプロピルアルコールに溶解し、各粉体98gを加え分散させ、溶媒を留去し得られた処理粉体

【0132】

## (製造方法)

A: 成分 7 ~ 13 を均一に混合した。

B: 成分 1 ~ 6 を 70℃ に加熱混合し、A を加えて均一に分散混合した。

C: 成分 14 ~ 17 及び 19 を 40℃ に加温、B に徐添して乳化し、冷却して成分 18 を加え、液状ファンデーションを得た。

以上のようにして得られた液状乳化ファンデーションは、べたつきがなく、のび広がりも軽い上さっぱりとした高い清涼感を有し、温度変化や経時による変化がなく、安定性の非常に優れたものであることがわかった。

## 【0133】

## 実施例 29: アイライナー

(成分)	質量 (%)
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	22.0
2. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	5.0
3. オルガノポリシロキサン (製造例 1) 処理黒酸化鉄 (注 1)	20.0
4. 有機シリコーン樹脂 (注 2)	10.0
5. ビタミン E アセテート	0.2
6. ホホバ油	2.0
7. ベントナイト	3.0
8. ポリエーテル変性シリコーン (注 3)	2.0
9. エタノール	3.0
10. 1, 3-ブチレングリコール	5.0
11. 防腐剤	適量
12. 精製水	残量

(注 1) オルガノポリシロキサン処理黒酸化鉄: 製造例 1 のオルガノポリシロキサン 2 g をイソプロピルアルコールに溶解し、黒酸化鉄 9.8 g を加え分散させ、溶媒を留去し加熱熟成し得られた処理黒酸化鉄

(注 2) 有機シリコーン樹脂; KF-7312J (信越化学工業 (株) 製)

(注 3) ポリエーテル変性シリコーン; KF6017 (信越化学工業 (株) 製)

## 【0134】

## (製造方法)

A: 成分 1 ~ 2、4 ~ 8 を混合し、成分 3 を加えて均一に混合分散する。

B: 成分 9 ~ 11 及び 13 を混合する。

C: B を A に徐添して乳化した後冷却し、アイライナーを得た。

以上のようにして得られたアイライナーは、のびが軽くて描きやすい上清涼感があってさっぱりとし、べたつきがない使用感で、温度変化や経時によって変化することもなく、使用性も安定性にも非常に優れており、耐水性、耐汗性は共に優れ、化粧持ちも非常に良いことがわかった。

## 【0135】

## 実施例 30: ファンデーション

(成分)	質量 (%)
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	27.0
2. メチルフェニルポリシロキサン	3.0
3. トリオクタン酸グリセリル	10.0
4. 分岐型ポリグリセリン変性シリコーン (注1)	1.0
5. モノイソステアリン酸ポリグリセリル	3.0
6. 疎水化処理混合粉体 (注2)	18.0
7. ベンガラ	1.2
8. 黄酸化鉄	2.6
9. 黒酸化鉄	0.2
10. 1, 3-ブチレングリコール	7.0
11. 塩化ナトリウム	0.5
12. 防腐剤	適量
13. 香料	適量
14. 精製水	残量

(注1) 分岐型ポリグリセリン変性シリコーン; KF6104 (信越化学工業 (株) 製)

(注2) 疎水化処理混合粉体

a. 微粒子酸化チタン 8.0

b. 微粒子酸化亜鉛	4. 0
c. タルク	3. 0
d. マイカ	3. 0

## 【0136】

(製造方法)

A: 成分 a ~ d を混合し、それらの粉体に対し、1 重量%のオルガノポリシロキサン（製造例 2）添加した後、加熱処理した。

B: 成分 1 ~ 5 を混合して加温溶解し、成分 6 ~ 9 を均一に分散した。

C: 成分 10 ~ 12 及び 14 を混合した後、B に加えて乳化した。

D: C を冷却し、成分 13 を加えてファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、べたつきがなく、のび広がりも軽い上密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、また、温度変化や経時によって変化することがなく、安定性にも優れていることがわかった。

## 【0137】

実施例 31: ブラッシング剤スプレー

(成分)	質量 (%)
1. ミリスチン酸イソプロピル	1. 0
2. 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	0. 05
3. 実施例 6 の酸化亜鉛組成物(H)	3. 0
4. エタノール	25. 0
5. 香料	適 量
6. 噴射剤	残 量

## 【0138】

(製造方法)

A: 成分 1 ~ 5 を混合する。

B: A をエアゾール用缶に詰めた後、成分 6 を充填し、ブラッシング剤を得る。

以上のようにして得られたブラッシング剤スプレーは、ツヤがあって非常になめらかであり、持続性にも優れており、又、使用時の粉の分散性に優れ、櫛通りが

良くツヤのある非常に良いものであることがわかった。

### 【0139】

#### 実施例 32：リンス

(成分)	質量 (%)
1. ジステアリン酸エチレングリコール	3.0
2. セタノール	2.0
3. モノステアリン酸プロピレングリコール	3.0
4. ジメチルポリシロキサン (100 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	3.0
5. モノステアリン酸グリセリン	4.0
6. ポリオキシエチレン (3) ステアレート	4.0
7. 塩化アセチルトリメチルアンモニウム	5.0
8. ポリオキシエチレン (20) セチルエーテル	2.0
9. 実施例 6 の酸化亜鉛組成物(H)	2.0
10. 1, 3-ブチレングリコール	5.0
11. 防腐剤	適量
12. 香料	適量
13. 精製水	残量

### 【0140】

#### (製造方法)

A：成分 1～9 を攪拌、混合する。

B：成分 10～11 及び 13 を加熱混合する。

C：A に B を添加し、混合した後、冷却、成分 12 を添加してリンスを得る。

以上のようにして得られたリンスは、使用時べたつきや重さがなく、毛髪に優れたツヤを与え、さらさら感、なめらかさ、ボリューム感を付与し、櫛通りの良い、使用性も持続性も優れたものであることがわかった。

### 【0141】

#### 実施例 33：リンスインシャンプー

(成分)	質量 (%)
1. ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン (30%)	15.0

2. ポリオキシエチレン (3) ラウリルエーテル硫酸ナトリウム (27%)	4. 0
3. ポリオキシエチレン (150) ジステアレート	0. 5
4. カチオン化セルロース (4%)	0. 5
5. グリセリン	3. 0
6. ジメチルポリシロキサン (100万mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	1. 0
7. ジメチルポリシロキサン (100mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	3. 0
8. オルガノポリシロキサン (製造例3) 処理マイカ (注1)	2. 0
9. 防腐剤	適 量
10. 香料	適 量
11. 精製水	残 量

(注1) オルガノポリシロキサン処理マイカ

製造例3のオルガノポリシロキサン2gをイソプロピルアルコールに溶解し、マイカ98gを加え分散させ、溶媒を留去し加熱熟成し得られた処理マイカ

#### 【0142】

(製造方法)

A: 成分1～5、9及び11を加熱、混合する。

B: 成分6～8を混合、分散する。

C: AにBを添加し混合した後、冷却、成分10を添加してリンスインシャンプーを得る。

以上のようにして得られたリンスインシャンプーは、使用時べたつきや重さがなく、毛髪に優れたツヤを与え、さらさら感、なめらかさ、ボリューム感を付与し、櫛通りの良い、使用性も持続性も優れたものであることがわかった。

#### 【0143】

実施例34: トリートメント

(成分)	質量 (%)
1. ジステアリン酸エチレングリコール	1. 0
2. 流動パラフィン	10. 0
3. スクワラン	5. 0

4. ステアリルアルコール	1. 5
5. ジメチルポリシロキサン (10 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	3. 0
6. ステアリン酸	6. 0
7. ポリオキシエチレン (3) ステアリルアルコール	4. 5
8. ポリオキシエチレン (150) セチルエーテル	2. 0
9. オルガノポリシロキサン (製造例2) 処理セリサイト (注1)	1. 5
10. 1, 3-ブチレングリコール	6. 0
11. 防腐剤	適 量
12. 香料	適 量
13. 精製水	残 量

(注1) オルガノポリシロキサン (製造例2) 処理セリサイト

製造例2のオルガノポリシロキサン2gをイソプロピルアルコールに溶解し、セリサイト98gを加え分散させ、溶媒を留去し加熱熟成し得られた処理セリサイト

#### 【0144】

(製造方法)

A: 成分1～9を加熱、混合する。

B: 成分10～11及び13を混合、分散する。

C: AにBを添加し混合した後、冷却、成分12を添加してトリートメントを得る。

以上のようにして得られたトリートメントは、使用時べたつきや重さがなく、毛髪に優れたツヤを与え、さらさら感、なめらかさ、ボリューム感を付与し、櫛通りの良い、使用性も持続性も優れたものであることがわかった。

#### 【0145】

実施例35: 油中水型タイプ制汗剤

(成分)	質量 (%)
1. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注1)	7. 0
2. デカメチルシクロペンタシロキサン	10. 0
3. トリオクタン酸グリセリル	7. 0

4. ジプロピレングリコール	5. 0
5. クエン酸ナトリウム	0. 2
6. アルミニウム・ジルコニウムテトラクロロハイドレート	18. 0
7. 実施例7の酸化亜鉛組成物(I)	5. 0
8. フッ素変性ハイブリッドシリコーン複合粉体(注2)	2. 0
9. 香料	適量
10. 精製水	45. 8

(注1) 架橋型ポリエーテル変性シリコーン; KSG-210 (信越化学工業(株)製)

(注2) フッ素変性ハイブリッドシリコーン複合粉体; KSP-200 (信越化学工業(株)製)

#### 【0146】

(製造方法)

A: 成分1~3を混合する。

B: 成分4~10を混合する。

C: BをAに加えて混合乳化する。

以上のようにして得られた油中水型タイプの制汗剤は、のびが軽く、清涼感があってさっぱりとして、べたつきや油感がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れている油中水型タイプの制汗剤であった。

#### 【0147】

実施例36: ロールオンタイプ制汗剤

(成分)	質量 (%)
1. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン(注1)	20. 0
2. ジメチルポリシロキサン(6mm <sup>2</sup> /秒(25℃))	10. 0
3. 架橋型ジメチルポリシロキサン(注2)	15. 0
4. デカメチルシクロペンタシロキサン	30. 0
5. アルミニウム・ジルコニウムテトラクロロハイドレート	20. 0
6. 実施例6の酸化亜鉛組成物(H)	4. 0
7. フェニル変性ハイブリッドシリコーン複合粉体(注3)	1. 0



## 8. 香料

適 量

(注1) 架橋型ポリエーテル変性シリコーン; KSG-210 (信越化学工業 (株) 製)

(注2) 架橋型ジメチルポリシロキサン; KSG-15 (信越化学工業 (株) 製)

(注3) フェニル変性ハイブリッドシリコーン複合粉体; KSP-300 (信越化学工業 (株) 製)

## 【0148】

(製造方法)

A: 成分1~4を混合する。

B: Aに成分5~8を加え、均一に分散する。

以上のようにして得られたロールオンタイプの制汗剤は、のびが軽く、清涼感があってさっぱりとして、べたつきや油感がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているものであった。

## 【0149】

実施例37: サンカット乳液

(成分)	質量 (%)
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	8.0
2. メチルフェニルポリシロキサン	3.0
3. モノイソステアリン酸ソルビタン	1.0
4. ポリエーテル変性シリコーン (注1)	0.5
5. トリメチルシロキシケイ酸 (注2)	1.0
6. パラメトキシケイ皮酸オクチル	4.0
7. 実施例1の酸化チタン分散物 (A)	20.0
8. ソルビトール	2.0
9. 塩化ナトリウム	2.0
10. 防腐剤	適 量
11. 香料	適 量
12. 精製水	残 量

(注1) ポリエーテル変性シリコーン; KF-6015 (信越化学工業(株) 製)

(注2) トリメチルシロキシケイ酸; X-21-5250 (信越化学工業(株) 製)

### 【0150】

(製造方法)

A: 成分1~6を加熱混合し、成分7を均一分散した。

B: 成分8~10及び12を加熱混合した。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分11を添加しサンカット乳液を得た。

以上のようにして得られたサンカット乳液は、キメが細かく、のび広がりが高く、べたつきがない上しっとりとしてみずみずしく、化粧持ちも良いため、紫外線防止効果も持続し、また、温度変化や経時による変化がなく非常に安定性にも優れていることがわかった。

### 【0151】

実施例38: サンカット乳液

(成分)	質量 (%)
1. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	3.0
2. デカメチルシクロペンタシロキサン	3.0
3. トリオクタン酸グリセリル	2.0
4. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注1)	3.0
5. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注2)	2.0
6. 分岐型ポリエーテル共変性シリコーン (注3)	1.0
7. 実施例1の酸化チタン分散物 (A)	25.0
8. 実施例2の酸化亜鉛分散物 (B)	35.0
9. クエン酸ナトリウム	0.2
10. ジプロピレングリコール	3.0
11. 防腐剤	適量
12. 香料	適量

## 13. 精製水

残 量

(注1) 架橋型ポリエーテル変性シリコーン; KSG210 (信越化学工業(株) 製)

(注2) 架橋型ジメチルポリシロキサン; KSG15 (信越化学工業(株) 製)  
分岐型ポリエーテル共変性シリコーン; KF6028 (信越化学工業(株) 製)

## 【0152】

(製造方法)

A: 成分1~6を混合し、均一に混合した。

B: 成分9~11及び13を混合、溶解する。

C: AにBを加えて乳化し、成分8~9及び成分12を加添加してサンカット乳液を得た。

以上のようにして得られたサンカット乳液は、べたつきがなく、のび広がりも軽い上密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、温度変化や経時に対しても非常に安定であることがわかった。

## 【0153】

実施例39: サンカットクリーム

(成分)	質量 (%)
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	17.5
2. アクリルシリコーン樹脂 (注1)	12.0
3. トリオクタン酸グリセリル	5.0
4. パラメトキシケイ皮酸オクチル	6.0
5. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注2)	5.0
6. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注3)	1.0
7. 実施例6の酸化亜鉛組成物 (H)	20.0
8. 塩化ナトリウム	0.5
9. 1,3-ブチレングリコール	2.0
10. 防腐剤	適 量
11. 香料	適 量
12. 精製水	残 量

(注 1) アクリルシリコーン樹脂；K P 5 4 5 (信越化学工業 (株) 製)

(注 2) 架橋型ポリエーテル変性シリコーン；K S G 2 1 0 (信越化学工業 (株) 製)

(注 3) アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン；K F 6 0 2 6 (信越化学工業 (株) 製)

#### 【 0 1 5 4 】

(製造方法)

A：成分 1 の一部に成分 2 を加えて均一にし、成分 7 を添加してビーズミルにて分散した。

B：成分 1 の残部及び 3 ～ 6 を混合し、均一に混合した。

C：成分 8 ～ 1 0 及び 1 2 を混合、溶解する。

D：B に C を加えて乳化し、A 及び成分 1 1 を加添加してサンカットクリームを得た。

以上のようにして得られたサンカットクリームは、べたつきがなく、のび広がりも軽い上密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、温度変化や経時に対しても非常に安定であることがわかった。

#### 【 0 1 5 5 】

実施例 4 0：O/W 型サンカット乳液

(成分)	質量 (%)
1. アクリルシリコーン樹脂 (注 1)	1 0. 0
2. 実施例 1 の酸化チタン分散物	1 5. 0
3. 実施例 2 の酸化亜鉛分散物	1 5. 0
4. デカメチルシクロペンタシロキサン	1 6. 5
5. ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	8. 0
6. ポリメチルシルセスキオキサン	3. 0
7. ポリエーテル変性シリコーン (注 2)	4. 0
8. ポリエーテル変性シリコーン (注 3)	1. 5
9. ポリオキシエチレン硬化ひまし油	1. 5
1 0. 1, 3 - ブチレングリコール	5. 0

## 11. 精製水

20. 5

(注1) アクリルシリコーン樹脂；KP-545（信越化学工業（株）製）

(注2) ポリエーテル変性シリコーン；KF-6018（信越化学工業（株）製）

(注3) ポリエーテル変性シリコーン；KF-6029（信越化学工業（株）製）

## 【0156】

（製造方法）

A：成分7～11を均一に混合する。

B：成分1～6を均一に混合分散し、Aに加え乳化しサンカット乳液を得た。

以上のようにして得られたサンカット乳液はキメが細かく、のび広がり軽く、べたつきのない上しっとりとしてみずみずしく、化粧持ちも良いため、紫外線防止効果も持続し、また、温度変化や経時による変化がなく非常に安定性に優れていることがわかった。

## 【0157】

【発明の効果】

一般式（1）で表わされるシロキサン化合物を用いた粉体組成物及び油中粉体分散物は分散性に優れ、経時的に粉体の凝集や沈降は見られず、臭いが発生することとはなかった。またこれらの粉体組成物及び油中粉体分散物を配合する本発明品の化粧料は、軽いのび広がりがあり、油っぽさがなく、しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感、そして化粧持ちも非常に良く、また、温度や経時的にも粉体の凝集や沈降も含めて変化がなく非常に優れた安定性を有する化粧料を提供するものである。

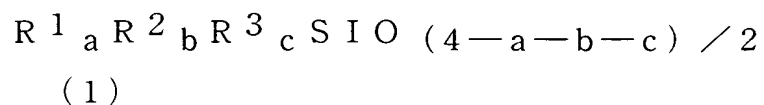


【書類名】 要約書

【要約】

【課題】耐水性、耐皮脂性を付与し、かつ凝集性が少なく各油剤への分散性に優れた粉体組成物及び油中粉体分散物、並びにそれらを含むことによって使用性に優れた化粧料を提供する。

【解決手段】下記一般式（１）で表されるシリコーンと粉体及び／又は着色剤とからなる粉体組成物、該粉体組成物を油剤中に分散してなる油中粉体分散物、及び、これらを含む化粧料。



（１）式中 $\text{R}^1$ は炭素数１～３０のアルキル基、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基、アミノ置換アルキル基、カルボキシル置換アルキル基あるいはポリオキシアルキレン基から選択される同種または異種の有機基であり、 $\text{R}^2$ はポリグリセリン誘導体であり、 $\text{R}^3$ はオルガノシロキサンである。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 3 2 0 4 7 8
受付番号	5 0 2 0 1 6 6 2 4 1 5
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0 0 9 5
作成日	平成 1 4 年 1 1 月 5 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成14年11月 1日
-------	-------------

次頁無





特願 2 0 0 2 - 3 2 0 4 7 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 2 0 6 0 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

氏 名

信越化学工業株式会社

2. 変更年月日

2 0 0 3 年 4 月 1 1 日

[変更理由]

名称変更

住所変更

住 所

東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

氏 名

信越化学工業株式会社